



République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Larbi Tébessi - Tébessa



Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie

## MEMOIRE DE MASTER

Domaine : Sciences de la Matière

Filière : Chimie

Option : Chimie des Produits Naturels

Thème :

*Etude de la conversion de la biomasse Zizphus  
jujuba en charbon actif par activation chimique*

Présenté par:

**Gouasmia Khaoula**

**Soltani Raouya**

Devant le jury:

**Kalla Ali**

**M.C.A U.TEBESSA**

**Président**

**Benregga Fatima Zohra**

**M.C.A U.TEBESSA**

**Rapporteur**

**Sellami seifeddine**

**M.C.B U.TEBESSA**

**Examineur**

Date de soutenance 22-06-2022



République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Larbi Tébessi - Tébessa



Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie

## MEMOIRE DE MASTER

Domaine : de Sciences la Matière

Filière : Chimie

Option : Chimie des produits Naturels

Thème :

*Etude de la conversion de la biomasse zizphus  
jujuba en charbon actif par activation chimique*

Présenté par:

**Gouasmia Khaoula**

**Soltani Raouya**

Devant le jury:

**Kalla Ali**

**M.C.A U.TEBESSA**

**Président**

**Benregga Fatima Zohra**

**M.C.A U.TEBESSA**

**Rapporteur**

**Sellami seifeddine**

**M.C.B U.TEBESSA**

**Examineur**

Date de soutenance 22-06-2022



Université Larbi Tébessi- Tébessa  
Faculté des sciences exactes et des sciences de la nature et de la vie  
Département de ..... *S.M* .....  
Filière : ..... *chimie* .....  
Année universitaire 2021/2022



## Déclaration sur l'honneur de non-plagiat (A joindre obligatoirement avec le mémoire)

Je, soussigné(e)

Nom et prénom :

*Soltani Racouia*

Régulièrement inscrit (e) :

*Master 2*

N de carte d'étudiant :

*34085232 / 2016*

Année universitaire :

*2021 / 2022*

Domaine :

*Science de la matière*

Filière :

*chimie*

Spécialité :

*chimie des produits naturels*

Intitulé :

Atteste que mon mémoire est un travail original et que toutes les sources utilisées ont été indiquées dans leur totalité, je certifie également que je n'ai ni copié ni utilisé des idées ou des formulations tirées d'un ouvrage, article ou mémoire, en version imprimée ou électronique, sans mentionner précisément leur origine et que les citations intégrales sont signalées entre guillemets.

Sanctions en cas de plagiat prouvé :

L'étudiant sera convoqué devant le conseil de discipline, les sanctions prévues selon la gravité de plagiat sont :

- L'annulation du mémoire avec possibilité de refaire sur un sujet différent.
- L'exclusion d'une année de Master.
- L'exclusion définitive.



*ع/ رئيس المجلس الشعبي البلدي  
و متصرفات بلدية  
امضاء السيد بلال هادي  
معلق اداري اقليمي*

Fait à Tébessa, le :

Signature de l'étudiant (e)

*12*



Université Larbi Tébessi- Tébessa  
Faculté des sciences exactes et des sciences de la nature et de la vie  
Département de ..... SM .....  
Filière : ..... chimie .....  
Année universitaire 2021/2022



## Déclaration sur l'honneur de non-plagiat (A joindre obligatoirement avec le mémoire)

Je, soussigné(e)

Nom et prénom : Gomasmia KHAWLA

Régulièrement inscrit (e) : Master 02

N de carte d'étudiant : 34024496 / 2016

Année universitaire : 2021/2022

Domaine : sciences de la matière

Filière : chimie

Spécialité : chimie des produits naturels

Intitulé :

Atteste que mon mémoire est un travail original et que toutes les sources utilisées ont été indiquées dans leur totalité, je certifie également que je n'ai ni copié ni utilisé des idées ou des formulations tirées d'un ouvrage, article ou mémoire, en version imprimée ou électronique, sans mentionner précisément leur origine et que les citations intégrales sont signalées entre guillemets.

Sanctions en cas de plagiat prouvé :

L'étudiant sera convoqué devant le conseil de discipline, les sanctions prévues selon la gravité de plagiat sont :

- L'annulation du mémoire avec possibilité de refaire sur un sujet différent.
- L'exclusion d'une année de Master.
- L'exclusion définitive.



12 جويلية 2022

Fait à Tébessa, le :

Signature de l'étudiant (e)





Université Larbi Tébessi- Tébessa

Faculté des sciences exactes et des sciences de la nature et de la vie

Département ..... Sciences de la matière

Filière : Chimie

Spécialité : Chimie des produits naturels

Année universitaire : 2021/2022



## Formulaire de levée de réserves après soutenance d'un Mémoire de Master

### Données d'identification du candidats (es) :

Nom et prénom du candidat : Grou-sma Khaoula, Soltani Raouya

Intitulé du Sujet :

### Données d'identification du membre de jury :

Nom et prénom : Karim Ali

Grade : MCA

Lieu d'exercice : Université Larbi Tébessi - Tébessa-

Vu le procès-verbal de soutenance de la thèse <sup>mémoire</sup> sus citée comportant les réserves suivantes :

sur la totalité du manuscrit

Et après constatation des modifications et corrections suivantes :

Corrections portées sur la totalité du manuscrit

Je déclare en ma qualité de président de jury de soutenance que le mémoire cité remplit toutes les conditions exigées et permet au candidat de déposer son mémoire en vue de l'obtention de l'attestation de succès.

Le :

Président de jury de soutenance : (Nom/Prénom et signature)

Ali Karim

## *Dédicace*

*.Je dédie ce modeste travail :*

*Il y a certaines satisfactions que les mots et les phrases parviennent difficilement à exprimer. Cela nous arrive lorsqu'il faut visualiser une émotion profonde afin d'être à la délicatesse des êtres qui nous sont très chers. De ce fait :*

*À la femme qui m'a aidé toute ma vie et qui m'a enveloppée de gentillesse. À la femme la plus extraordinaire et la plus douce du monde : Ma mère Noura, j'exprime mon profond amour.*

*À celui qui a été et qui est toujours pour moi le modèle, la référence : mon père Boubakar; je lui exprime mon profond respect et j'espère que j'ai été à la hauteur. Ma joie est que tu sois fier de moi.*

*A ma mère et à mon père qui sont la lumière de mes yeux, ombre de mes pas et le bonheur de ma vie. Qui m'ont apportés leurs appuis durant tous mes années d'études, pour ses sacrifices et soutient et qui mon donner la tendresse, la confiance, le courage et la sécurité.*

*A mes cher frères : Madjid, CHaouke et Okba A mes belles-sœurs : Aida, Amel, Nadjoua, Ilham et Ikhlass.*

*Et les petits Mohamed, Isra, Younesse, Ayoub, Loukman et, Mahrez et Ariam*

*A toute ma famille et A mon binôme : Raouya et sa famille.*

*A mes amies de la promotion de master2. A mes amies les plus proches sans exception.*



*khaoula*

## *Dédicace*

*Avant toute chose je remercie ALLAH Tout Puissant de m'avoir donné le courage et la patience pour accomplir cet humble travail, fruit de mes années de dur labeur.*

*Je dédie ce modeste travail :*

*A ma très chère mère Hizia qui me donne toujours l'espoir de vivre et qui n'a jamais cessé de prier pour moi.*

*A mon très cher père Taybe pour ses encouragements, son soutien, surtout pour son amour et son sacrifice afin que rien n'entrave le déroulement de mes études.*

*A mon cher et unique frère Aymen l'âme de mon cœur et la lumière de mes yeux.*

*A mes chères soeurs : Roumissa et sa petite fille Ritedj Les lumières de ma vie.*

*A tous les membres de ma famille mes oncles (Saleh, abdlkarim, ridha) et leurs enfants.*

*A tous mes oncles maternels (Fares, Zouhaier, Hosni). A ma chère tante est avocate Akila, tante Warda et ses filles (Khaoula, wafa).*

*A toutes mes tantes (Yamina, Dalila, Nesrine, Nora) et leurs garçons*

*Je dédie très chaleureusement ce mémoire à mon amie du*

*Binôme d'étude Gouasmia Khaoula.*

*Et à toute la promotion de master 2 chimie des produits*

*Naturels.*

*Raouya*



# Remerciement

*Je remercie en premier lieu mon grand Dieu le tout puissant qui m'a éclairé le bon sentier et de m'avoir accordé la puissance, la volonté et la patience pour terminer ce modeste travail.*

*Dieu nous a donné la volonté, la patience, la santé et la confiance durant toutes nos années d'étude. Nous remercions nos parents d'être si patients, si généreux et tellement merveilleux, merci pour leur soutien moral et matériel.*

*Ils ont toujours été une source de motivation, d'encouragements et de beaucoup de bonheur.*

*Nos remerciements spéciaux vont à Madame **BENREGGA FATIMA ZOHRA** maître de conférences A à l'université de Tébessa pour sa gentillesse, pour ses conseils et pour avoir accepté de diriger les travaux de notre recherche.*

*Nous remercions vivement **Monsieur KALLA ALI** maître de conférences A à l'université de Tébessa qui nous a fait l'honneur de présider ce jury de mémoire.*

*Nos sincères remerciements à **Monsieur SELLAMI SEIFEDDINE** maître de conférences B à l'université de Tébessa d'avoir accepté d'examiner ce travail.*

*Nos remerciements s'adressent aussi aux ingénieurs des laboratoires de Biologie, de Physique Moukher Soraya et de Génie civil de nous avoir accueillies dans leurs laboratoires.*

*Nous tenons à remercier tous nos enseignants du département sciences de la matière, pour les efforts qu'ils ont fournis durant notre cursus afin de nous amener jusqu'au bout de la formation.*

*Je voudrai rendre hommage à mes amis qui m'ont toujours encouragé au cours de la réalisation de ce mémoire.*



*Sans oublier les membres du laboratoire pédagogique que je les remercie de leurs aides et de leur compréhension au cours de ces mois de travail.*

*J'exprime ma gratitude à l'ensemble des personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce mémoire.*

*Enfin, je remercie tout particulièrement ceux que j'ai oublié, en les priant de bien vouloir m'excuser*



يعتبر الكربون المنشط من أقدم المواد الماصة التي تم تصنيعها بكميات كبيرة. من أجل تعزيز المواد الطبيعية في منطقة MILA وتقليل التلوث، تم استخدام النفايات من "نواة النبق" كمادة خام في تصنيع فحم المواد الطبيعية. في المختبر، تم إجراء التنشيط الكيميائي بواسطة حامض الفوسفوريك متبوعًا بخطوة الكربنة.

لقد درسنا خصائص معينة مثل: الأس الهيدروجيني، محتوى الرطوبة، محتوى الرماد ومؤشر اليود، تم عمل دراسة مقارنة مع الكربون التجاري Merck .C فيما يتعلق بالتخلص من صبغة الميثيلين الزرقاء باستخدام تقنية UV-vis. أظهرت النتائج المختلفة أن الفحم المحضر يمكن مقارنته بالفحم الصناعي ويمكن استخدامه بعد ذلك في معالجة المياه.

**الكلمات المفتاحية:** الكربون المنشط، نواة النبق ، الكربنة ، التنشيط الكيميائي ، الامتزاز.

## *Résumé*

---

Le charbon actif est l'un des plus anciens matériaux absorbants qui ont été fabriqués en grande quantité. Dans le but de valoriser les matériaux naturels de la région de MILA et de réduire la pollution, les déchets des "Noyaux de jujube" ont été utilisés comme matière première dans la fabrication d'un charbon de biomasse. Au laboratoire, l'activation chimique a été réalisée par l'acide phosphorique suivi d'une étape de carbonisation.

Nous avons étudié certaines caractéristiques telles que : le pH, le taux d'humidité, le taux de cendre et l'indice d'iode. Une étude comparative avec le charbon commercial C. Merck vis-à-vis de l'élimination d'un colorant Bleu de méthylène était réalisée en utilisant la technique UV-vis. Les différents résultats ont montré que le charbon préparé est comparable au charbon industriel et pourrait alors être utilisé dans le traitement des eaux.

**Mots clés:** Charbon actif, le Noyaux de jujube, carbonisation, activation chimique, adsorption.

## *Abstract*

---

Activated carbon is one of the oldest absorbent materials that has been manufactured in large quantities. In order to enhance the natural materials of the MILA region and reduce pollution, the waste from the "Jujube kernels" was used as a raw material in the manufacture of biomass charcoal. In the laboratory, chemical activation was carried out by phosphoric acid followed by a carbonization step.

We have studied certain characteristics such as: pH, moisture content, ash content and iodine index. A comparative study with commercial carbon C. Merck with respect to the elimination of a methylene blue dye was produced using the UV-vis technique. The various results showed that the coal prepared is comparable to industrial coal and could then be used in water treatment.

**Keywords:** Activated carbon, jujube kernels, carbonization, chemical activation adsorption.

## *Sommaire*

---

Dédicace.....	III
Dédicace.....	IV
Remerciement .....	V
ملخص.....	VII
Resumé.....	VIII
Abstract.....	IX
Sommaire.....	X
Abréviations & symboles.....	XVI
Liste des tableaux .....	XVII
Liste des figures.....	XVIII
Introduction générale.....	1
Références introduction générale .....	3
<i>CHAPITRE I: Charbon actif</i>	
I-1-Introduction .....	5
I-2- Charbon actif .....	5
I-2-1- Définition.....	5
I-2-2-Composition élémentaire d'un charbon actif.....	6
I-3-Origine du charbon actif.....	6
I-3-1-Origine végétale.....	6
I-3-2-Origine animale.....	6
I-3-3-Origine minérale .....	6
I-4-Matières premières utilisées dans la fabrication du charbon actif.....	6
I-5-Les types des charbons actifs.....	7
I-5-1-Charbon actif en poudre (CAP) .....	7
I-5-1-1-Utilisation du CAP.....	7

## *Sommaire*

---

<b>I-5-2-Charbon actif granulé(CAG).....</b>	<b>8</b>
<b>I-5-2-1-Utilisation du(CAG).....</b>	<b>8</b>
<b>I-5-3-Charbon actif extrudé (CAE) .....</b>	<b>8</b>
<b>I-6-Procèdes de fabrication du charbon actif.....</b>	<b>9</b>
<b>I-6-1-Carbonisation.....</b>	<b>9</b>
<b>I-6-2-L'activation .....</b>	<b>9</b>
<b>I-6-2-1-L'activation physique.....</b>	<b>9</b>
<b>I-6-2-2-L'activation chimique .....</b>	<b>10</b>
<b>I-7-Caractéristique du charbon actif.....</b>	<b>10</b>
<b>I-7-1-Les tailles des pores et le volume poreux.....</b>	<b>10</b>
<b>I-7-2-Surface spécifique .....</b>	<b>11</b>
<b>I-7-3-Granulométrie.....</b>	<b>11</b>
<b>I-7-4-Taux de cendre.....</b>	<b>11</b>
<b>I-7-5-La teneur en humidité.....</b>	<b>11</b>
<b>I-8-Structure cristalline d'un charbon actif.....</b>	<b>11</b>
<b>I-9-Régénération de charbon actif.....</b>	<b>12</b>
<b>I-10-Utilisation du charbon actif.....</b>	<b>12</b>
<b>I-11-Conclusion .....</b>	<b>13</b>
<b>Références bibliographiques.....</b>	<b>14</b>
<b><i>CHAPITRE II: Noyaux des Zizphus jujuba (jujube ou nbeg)</i></b>	
<b>II-1-Introduction .....</b>	<b>19</b>
<b>II-2-Historique et origine.....</b>	<b>19</b>
<b>II-3- Autres espèces de Zizphus à travers le monde.....</b>	<b>19</b>

## *Sommaire*

---

II-4-Description botanique .....	20
II-5-Dénomination vernaculaire.....	20
II-6-Classification.....	21
II-7-Répartition géographique .....	21
II-7-1-Dans le monde.....	21
II-7-2-En Algérie .....	22
II-8-Composition biochimique et chimique.....	22
II-9-composition chimique.....	23
II-10-Précurseur (Les noyaux de jujube).....	23
II-11-Utilisation traditionnelle et activités biologiques et thérapeutiques .....	24
II-12-Conclusion.....	25
Références bibliographiques.....	26

### *CHAPITRE III: L'adsorption*

III-1- Introduction .....	30
III-2-Généralité .....	30
III-3-Définition .....	30
III-4-Types d'adsorption.....	31
III-4-1-Adsorption physique .....	31
III-4-2-Adsorption chimique.....	32
III-5-Comparaison entre deux types d'adsorption .....	32
III-6-Description du mécanisme d'adsorption .....	32
III-7-Facteurs influençant sur l'équilibre d'adsorption .....	33
III-8-Cinétique d'adsorption .....	33
III-9- La surface spécifique.....	34
III-10-Les matériaux adsorbants.....	35
III-10-1-Gels de silice.....	35

## *Sommaire*

---

III-10-2-Alumines activées .....	35
III-10-3-Adsorbants à base de polymères.....	35
III-10-4-Argiles activées (ou terres décolorantes).....	35
III-10-5-Charbons actifs .....	35
III-11- Les applications de l'adsorption .....	36
III-12-Conclusion .....	36
Références bibliographiques.....	38

### *CHAPITRE IV: Partie expérimentale*

IV-1- Introduction.....	41
IV-2- Objectif de cette étude.....	41
IV-3- Réactifs .....	41
IV-3-1- Adsorbants.....	41
IV-4- Matériels .....	42
IV-5- Traitement du charbon en grain (Merck) .....	42
IV-6- Préparation de la matière première (noyaux de jujubes).....	42
IV-6-1-Préparation des échantillons.....	42
IV-6-2- Carbonisation .....	44
IV-6-2-1- Charbon carbonisé CNC.....	44
IV-6-3- Activation par l'H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> .....	44
IV-7-.Caractéristiques physico-chimiques du charbon actif.....	47
IV-7-1- Principe de détermination du H%.....	47
IV-7-2- Détermination de la matière organique MO% .....	48
IV-7-3-Le taux de cendre.....	48

## *Sommaire*

---

IV-7-3-1- Principe de détermination du Cd%.....	48
IV-7-4-Indice d'iode Id.....	49
IV-7-4-1-Principe de détermination de l'Id .....	49
IV-8-Adsorption du bleu de méthylène sur les charbons .....	51
IV-8-1-Préparation de la solution du polluant BM.....	51
IV-8-2- Cinétique d'adsorption.....	52
IV-9- Spectroscopie UV-VISIBLE.....	52
Références bibliographiques.....	53

### *CHAPITRE V: Résultats & discussions*

V-1- Carbonisation.....	56
V-1-1- Les étapes de la carbonisation .....	56
V-2- Activation chimique par H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> .....	56
V-3-Résultats des caractéristiques physico-chimiques du charbon actif.....	57
V-3-1-Détermination du caractère acido-basique des charbons.....	57
V-3-2-Taux d'humidité.....	57
V-3-3-Taux de matière organique.....	58
V-3-4-Taux de cendre.....	58
V-3-5- Indice d'iode.....	59
V-4-Comparaison de la cinétique d'adsorption entre le charbon activé et le charbon commercial .....	60
V-5-Discussion des résultats de la cinétique d'adsorption du BM .....	62
V-6-Etude comparative entre les charbons au niveau de l'adsorption du BM.....	62
V-6-1- Comparaison entre le CNA et C Merck.....	62
V-7- Comparaison entre le CNA et CBr.....	63

## *Sommaire*

---

<b>Références bibliographiques.....</b>	<b>64</b>
<b>Conclusion générale .....</b>	<b>65</b>

## *Abréviations & symboles*

Symboles	Symboles Signification
<b>CA</b>	<i>Charbon actif</i>
<b>CAP</b>	<i>Charbon actif en poudre</i>
<b>CAG</b>	<i>Charbon actif en grain</i>
<b>CAE</b>	<i>Charbon actif extrudé</i>
<b>CM</b>	Charbon de Merck
<b>CNC</b>	<i>Charbon du nbeg carbonisé</i>
<b>CNA</b>	<i>Charbon du nbeg activé</i>
<b>CBr</b>	<i>Nbeg brute</i>
<b>H%</b>	<i>Taux d'humidité</i>
<b>MO%</b>	<i>Matière organique</i>
<b>Cd%</b>	<i>Taux de cendre</i>
<b>Id%</b>	<i>Indice d'iode</i>
<b>BM</b>	<i>Bleu de méthylène</i>
<b>IUPAC</b>	<i>International Union of Pure and Applied Chemistry</i>

## *Liste des tableaux*

<b>Tableaux</b>	<b>Titres</b>	<b>Pages</b>
<b>Tableau I.1</b>	Les composants élémentaires d'un charbon actif	<b>6</b>
<b>Tableau II.1</b>	Composition chimique de <i>Zizyphus lotus</i>	<b>23</b>
<b>Tableau II.2</b>	Composition chimique des différents organes du <i>Zizyphus lotus</i>	<b>23</b>
<b>Tableau III.1</b>	Différences entre l'adsorption physique et l'adsorption chimique	<b>32</b>
<b>Tableau IV.1</b>	Les produits chimiques utilisés	<b>42</b>
<b>Tableau IV.2</b>	Matériels et verreries utilisés	<b>42</b>
<b>Tableau IV.3</b>	Propriétés de l'acide phosphorique	<b>45</b>
<b>Tableau IV .4</b>	Caractéristiques physico-chimiques du BM.	<b>51</b>
<b>Tableau V.1</b>	Les valeurs du pH de chaque échantillon	<b>57</b>
<b>Tableau V.2</b>	Les valeurs de taux d'humidité des différents échantillons.	<b>58</b>
<b>Tableau V.3</b>	Taux de matière organique des différents charbons préparés et du charbon Merck	<b>58</b>
<b>Tableau V.4</b>	Les valeurs du taux de cendre des différents échantillons.	<b>59</b>
<b>Tableau V.5</b>	l'indice d'iode du charbon de (CBr, CNA et du charbon C, Merck	<b>59</b>
<b>Tableau V.6</b>	Valeurs des absorbances et du temps d'adsorption du BM sur le C. Merck à 21 ,5 °C	<b>60</b>
<b>Tableau V.7</b>	Valeurs des absorbances et du temps d'adsorption du BM sur le charbon activé par l'acide acétique H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	<b>60</b>
<b>Tableau V.8</b>	Valeurs des absorbances et du temps d'adsorption du BM sur le charbon brut	<b>61</b>

## Liste des figures

Figures	Pages
<b>Figure I.1:</b> Charbon actif	5
<b>Figure I.2:</b> Charbon actif en poudre	7
<b>Figure I.3:</b> Charbon actif granulé	8
<b>Figure I.4:</b> Charbon actif extrudé	9
<b>Figure I.5:</b> Vue schématique d'un grain de charbon actif	11
<b>Figure I.6:</b> Structure cristalline du graphite (a) et du charbon actif (b)	12
<b>Figure II.1:</b> Fleurs de <i>zizyphus lotus</i>	20
<b>Figure II.2:</b> Fruits de <i>zizyphus</i>	20
<b>Figure II.3:</b> Feuilles de <i>zizyphus lotus</i>	21
<b>Figure II.4:</b> Plante de <i>zizyphus lotus</i>	21
<b>Figure II.5:</b> Aire de répartition de la famille des rhamnacées dans le monde	22
<b>Figure II.6:</b> Aire de répartition de <i>zizyphus lotus</i> en Algérie	22
<b>Figure III.1:</b> Phénomène d'adsorption	31
<b>Figure III.2:</b> Schéma de l'adsorption physique	31
<b>Figure III.3:</b> Mécanisme du transfert d'un adsorbant vers le site d'adsorption au sein d'un grain d'adsorbant	33
<b>Figure III.4:</b> Les étapes de la cinétique d'adsorption	34
<b>Figure III.5:</b> Schéma d'adsorption sur une particule de charbon actif	36
<b>Figure IV.1:</b> Charbon en grain Merck	42
<b>Figure IV.2 :</b> Broyeur électrique (Retsch)	43
<b>Figure IV.3:</b> Différentes parties du fruit du <i>Zizyphus lotus</i>	43
<b>Figure IV.4:</b> (A) Noyaux du <i>Zizyphus lotus</i> après séchage 24 h à 110 °C; (B) Noyaux du <i>Zizyphus lotus</i> broyés et tamisés	43
<b>Figure IV.5:</b> (A) Broyat de grain avant la carbonisation, (B) le charbon carbonisé	44

## *Liste des figures*

<b>Figure IV.6:</b> Les différentes étapes de l'activation chimique par l'acide phosphorique	<b>45</b>
<b>Figure IV.7:</b> Différentes étapes de préparation du charbon actif	<b>46</b>
<b>Figure IV.8:</b> Détermination de taux d'humidité H%	<b>48</b>
<b>Figure IV.9:</b> Détermination de taux de cendre Cd%	<b>49</b>
<b>Figure IV.10:</b> Les solutions préparées	<b>50</b>
<b>Figure IV.11:</b> Détermination de l'indice d'iode par titrage avec la solution de thiosulfate de sodium	<b>50</b>
<b>Figure IV.12:</b> Spectroscopie UV-Visible	<b>52</b>
<b>Figure V .1:</b> Variation de l'absorbance de BM en fonction de temps pour le charbon de Merck	<b>60</b>
<b>Figure V.2:</b> Variation de l'absorbance BM en fonction de temps pour le CNA	<b>61</b>
<b>Figure V.3:</b> Variation de l'absorbance de BM en fonction de temps pour le CBr	<b>61</b>
<b>Figure V.4:</b> Variation de l'absorbance en fonction du temps pour les charbons CNA et CM	<b>62</b>
<b>Figure V.5:</b> Variation de l'absorbance en fonction du temps pour les charbons CNA et CM	<b>63</b>

---

## Introduction générale

La protection de l'environnement est devenue une préoccupation majeure de notre société, encourageant donc le développement de procédés pour l'amélioration des méthodes de dépollution [1].

Le charbon actif est le produit final obtenu par un processus d'activation physique ou chimique, de tout matériaux contenant un fort pourcentage de carbone [2]. Le charbon actif, comme matériau poreux, est couramment utilisé depuis des siècles dans de nombreuses applications domestiques et industrielles [3].

Les noyaux de jujubes ou bien petit jujube provient de la variété appelée 'Zizphus jujuba' (nommé Nebka, Nbeg) dont l'abondance est importante dans notre pays et dont l'usage se limite souvent à la consommation alimentaire et médicinale pour ses vertus thérapeutiques [4]. Le genre *Zizphus* appartient à la famille des *Rhamnaceae*, qui comprend environ 100 espèces, ils sont répartis dans toutes les régions tropicales et subtropicales du monde, dont 12 espèces sont cultivés [5]. *Zizphus Lotus* (*Z. Lotus*) également connu sous le nom de jujube [6] pousse généralement dans les zones arides et pays semi-arides [7].

L'adsorption est l'un des procédés de traitements des eaux. Il est largement reconnu que l'adsorption de polluants sur charbon actif synthétisé à partir des déchets végétaux est devenu une méthode analytique de choix, très efficace et simple dans son utilisation [4].

Les capacités d'adsorption élevées des charbons actifs sont liées aux propriétés telles que la surface, le volume des pores et la distribution de la taille des pores. Ces caractéristiques uniques dépendent du type de matières premières utilisées pour la préparation des charbons actifs et de la méthode d'activation. [8].

La synthèse des charbons actifs à partir de biomasses locales par la méthode d'activation chimique a fait l'objet de nombreuses études. L'avantage de l'activation chimique est d'opérer à de faibles températures et un coût d'activation moindre. Des charbons actifs de bonne qualité avec une structure poreuse très importante et de grande surface spécifique sont préparés par des biomasses végétales en utilisant comme agent activant chimiques l'acide orthophosphorique [9].

Le travail présenté dans ce document s'appuie sur la fabrication du charbon actif en utilisant l'acide phosphorique ( $H_3PO_4$ ) pour l'activation chimique et comme précurseur une biomasse lignocellulosiqueles noyaux de jujube sauvage appelé *Zizyphus lotus* (Nbeg).

---

Le charbon actif obtenu (CNA), ainsi qu'un charbon actif commercial (CM), ont fait l'objet d'une application en milieu aqueux pour des tests d'élimination d'un colorant ionique BM. L'analyse est réalisée par mesure de l'absorbance à la spectroscopie UV/visible.

Pour les caractéristiques physico-chimiques des différents charbons bruts (CBr), carbonisés (CNC), activés (CNA) et commercial (CM) on a déterminé le pH, le taux d'humidité, le taux de cendre et l'indice d'iode.

La caractérisation du charbon actif obtenu par activation chimique permet d'évaluer leurs capacités d'adsorption [10].

Notre mémoire, comporte deux parties :

La première partie présente une étude bibliographique, elle est divisée en 3 chapitres, cette partie introductive expose le cadre général de notre travail de recherche.

- Le premier chapitre contient une recherche bibliographique détaillée sur le charbon actif.
- Le deuxième chapitre est consacré à la présentation de notre matière première noyaux de *zizphus jujuba* (jujube ou nbeg).
- Le troisième chapitre concerne les principes de base de l'adsorption.

La deuxième partie de ce travail est divisée en 2 chapitres.

- Le quatrième chapitre constitue la partie expérimentale, nous présentons tout d'abord la description du mode de synthèse des charbons actifs par la méthode d'activation chimique avec l'acide phosphorique puis la caractérisation physico-chimique en déterminant le taux de cendre, le taux d'humidité, l'indice d'iode, ainsi que l'analyse UV visible.
- Le cinquième chapitre présente tous les résultats obtenus et leurs discussions

Enfin, conclusion générale.

---

## Références introduction générale

- [1] E. Koller. Traitement de pollutions industrielles(2004).
- [2] A. Houas, I. Bakir, M. Ksibi, E. Elaloui. Etude de l'élimination du bleu de méthylène dans l'eau par le charbon actif commercial CECA40, J. Chim. Phys, vol (96): pp.479-486(1999).
- [3]B.T. Fouazi, B.C. Ridha, F. B Jean. Décoloration des eaux usées de levurière par adsorption sur charbon, Journal of Environmental Engineering and Science, vol3, no 4:pp.269-277(2004).
- [4] M. Daoud , O. Benturki, Activation d'un charbon à base de noyaux de jujubes et application à l'environnement. Adsorption d'un colorant de textile, Revue des Energies Renouvelables SIENR'14 Ghardaïa 155 – 162 (2014).
- [5] G. Zandievakili, A.Khadivi, Identification of the promising Ziziphus spina-christi (L.) Willd.genotypes using pomological and chemical proprieties. Food Science & Nutrition, 00, 1–14. <https://doi.org/10.1002/fsn3.2535> (2021).
- [6] M. G. M. N. M. Maraghni, M. Gorai& M. Neffati,Seed germination at different temperatures and water stress levels, and seedling emergence from different depths of Ziziphus lotus. South African Journal of Botany, 76(3):pp. 453-459 (2010).
- [7] G.Aasma, B.Rania, Propriétés bioactives et utilisations,Univ. DeBouira (2020).
- [8]R.C,Bansal, J.B.Donnet, H.F. Stoeckli, Active carbon. Marcel Dekker New York(1988).
- [9]M.Gueye, J. Blin, C. Brunshwig, Etude de la synthèse des charbons actifs à partir de biomasses locales par activation chimique avec H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, 6<sup>ème</sup> journée scientifique du 2IE Ouagadougou (2011).
- [10] K. Boutadara, L. Ben Ali, Valorisation des déchets ligno-cellulosiques, issus du palmier dattier, en charbon actif, mémoire de Master, Univ d'Adrar (2017).

# **CHAPITRE I: Charbon actif**

## I-1-Introduction

Depuis très longtemps, les solides poreux sont connus pour leur capacité à retenir des quantités plus au moins importantes du gaz condensable. En 1777, il a été remarqué que le charbon fraîchement calciné puis refroidi était capable d'adsorber plusieurs fois son propre volume de différents gaz [1]. Se caractérisant par, entre autres, sa grande surface spécifique, sa structure poreuse et sa thermostabilité. Il est, peut être, préparé à partir de toute matière solide contenant une grande proportion de carbone [2]. De nombreux scientifiques des différentes disciplines s'intéressent, de plus en plus, à l'identification et à l'élimination des polluants de l'environnement. A cet effet, on recourt souvent à l'adsorption sur charbon actif, notamment pour l'élimination des produits toxiques, des micropolluants ou inorganiques de l'eau, la décoloration des huiles végétales et la purification de nombreux produits [3]. Les matériaux premiers introduits dans la fabrication des charbons actifs sont d'origine organique, végétale ou minérale [4]. De nombreux progrès ont été obtenus sur l'optimisation de ces matériaux carbonés, aussi bien au niveau de leur fabrication (origine, contrôle de la taille des pores, mise en forme) que de leur régénération [5].

## I-2- Charbon actif

### I-2-1- Définition

Le charbon actif également appelé charbon activé est un matériau noir principalement sous forme granulaire ou pulvérulente composé essentiellement de matière carbonée à structure poreuse. De part cette porosité, la surface développée par le charbon actif est énorme, un gramme de charbon actif présente une surface interne pouvant atteindre plus de  $1500 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$  et cette caractéristique unique est responsable de ses propriétés d'adsorption [6]. En plus cette porosité, ainsi que la nature chimique de la surface permettent d'adsorber certains composé de manière préférentielle [7].



Figure I.1:Charbon actif [8]

### I-2-2-Composition élémentaire d'un charbon actif

Le carbone est l'élément majoritaire du charbon, le tableau I.1 présente la composition élémentaire du charbon actif [9].

**Tableau I.1:** Les composants élémentaires d'un charbon actif [9]

<i>Composants</i>	<i>Pourcentages(%)</i>
Carbone(C)	88
Hydrogène(H)	0,5
Azote(N)	0,5
Soufre(S)	1
Oxygène(O)	6à7
Matières minérales	3à4

### I-3-Origine du charbon actif

La fabrication du charbon actif pas ce nécessairement par l'identification et le choix de la matière première .Les matières premières peuvent être obtenues à partir d'un grand nombre de matériaux contenant le carbone d'origine végétale, animale, et minéral.

#### I-3-1-Origine végétale

Il existe une multitude de produits d'origine végétale qui peuvent intervenir dans la synthèse des charbons actifs et sous différentes formes variées: déchets agricoles non utilisables exemple :

Noyaux de fruit, coque de noix de coco [10,11], bagasse de canneà sucre [12,13], paille et enveloppes de céréales exemple : blé et riz [14], arbre sous forme de copeaux ou de sciure de bois exemple: bouleau, chêne, eucalyptus [12, 15] et lignite [16].

#### I-3-2-Origine animale

Les charbons activés sont essentiellement obtenus à partir d'ossements d'animaux, mais aussi à partir de leur sang et de leur chair [17].

#### I-3-3-Origine minérale

Les charbons activés sont obtenus en grandes majorité à partir de matériaux combustibles comme le charbon minéral (houille, les résidus de pétrole, coke) ou la tourbe [18].

### I-4-Matières premières utilisées dans la fabrication du charbon actif

La fabrication des charbons actifs provenant des différents matériaux de déchet végétal

a pu atteindre lestage pratique ou il a été accordé un grand intérêt à son application dans différents domaines de traitement des eaux et d'épuration des effluents industriel. Plusieurs chercheurs ont étudié la fabrication de cet adsorbant à partir d'une variété de matériaux végétaux. Il est peut être préparé à partir de plusieurs types de matières premières telles le bois [19], la lignine [20], la coque d'Amande [21], les noyaux d'olives [22], les noyaux de dattes [23], les noyaux de jujube sauvages [24], le marc de café [25], et les noyaux d'abricots [26].

### **I-5-Les types des charbons actifs**

Le charbon actif est disponible principalement sous différentes formes:

#### **I-5-1-Charbon actif en poudre (CAP)**

Le charbon actif en poudre prend la forme de grains de taille comprise entre 10 et 50  $\mu\text{m}$ . Sous cette forme il s'utilise souvent pour le traitement de l'eau et du gaz [27].



**Figure I.2:**Charbon actif en poudre [27].

#### **I-5-1-1-Utilisation du CAP**

De tels charbons sont donc utilisés préférentiellement pour l'adsorption de solutions en batch.

- Les poudres fines sont utilisées en pharmacie et servent aussi à décolorer les huiles, les graisses, les vins, les sucres et de nombreux autres liquides organiques [28].
- Le charbon actif en poudre est utilisé en combinaison avec un traitement de clarification.

### I-5-2-Charbon actif granulé(CAG)

La forme du CAG est irrégulière et sa taille comprise entre 0,2-5 mm. Les caractéristiques physiques du CAG varient considérablement selon les matériaux constitutifs et le mode de fabrication [27].



Figure I.3:Charbon actif granulé [28].

#### I-5-2-1-Utilisation du(CAG)

Ces charbons sont préférentiellement utilisés en lit fixé pour l'adsorption des gaz et des vapeurs.

- Ils sont couramment utilisés pour le traitement de l'eau [29].
- Pour enlever la turbidité et dissoudre des composés organiques, l'odeur, les taches, et les colorants.
- Il est utilisé pour l'élimination des micropolluants organiques.
- En filtration biologique [28].

#### I-5-3-Charbon actif extrudé (CAE)

Il existe un troisième type de CA appelé charbon actif extrudé. Il prend la forme de cylindre et sa taille est comprise entre 0.8 et 5 mm le CAE est principalement utilisé pour des applications en phase gazeuse à cause, de sa grande résistance mécanique et à des faibles teneurs en poussières [30].



**Figure I.4:**Charbon actif extrudé [31].

## **I-6-Procèdes de fabrication du charbon actif**

Les procédés industriels de production de CA comportent généralement deux (02) étapes : la carbonisation et l'activation.

### **I-6-1-Carbonisation**

La carbonisation est la décomposition thermique (pyrolyse) des matières carbonées : les espèces autres que le carbone sont éliminées. Cette étape s'effectue à des températures comprises entre 600 et 800°C, La micro structure de base se développe vers 500°C, mais les pores ainsi formés contiennent divers produits de décomposition. Une simple carbonisation n'aboutit pas à des produits ayant une grande capacité d'adsorption, car elle donne des produits ayant une structure poreuse rudimentaire ne leur permettant pas d'être utilisés comme adsorbants sans une activation supplémentaire [32].

### **I-6-2-L'activation**

#### **I-6-2-1-L'activation physique**

Permis de développer les pores existants et d'en créer d'autres .Elle est réalisée entre 800°C et 1000 °C en présence d'un gaz faiblement oxydant (air), de vapeur d'eau, de CO<sub>2</sub>, ou encore d'un mélange de ces gaz Les propriétés adsorbants finales du CA dépendent du gaz oxydant, de sa concentration, de la température, de sa durée d'activation, de la quantité et de la nature des phases minérales présentes dans le CA, en effet, au cours de l'activation les atomes de carbone réagissent avec des hétéroatomes tels que l'oxygène, hydrogène, l'azote et le soufre pour former différents groupements fonctionnels de surface [32].

### I-6-2-2-L'activation chimique

Est un autre procédé d'obtention du charbon actif. Elle consiste à imprégner le matériau de départ dans une solution concentrée d'agent très oxydant et/ou déshydratant (acide phosphorique, chlorure de zinc, soude<sup>l</sup>). Le matériau est ensuite pyrolysé entre 400 °C et 800 °C puis lavé et sèche. Le CA est ainsi obtenu en une seule étape. Suite à l'activation, le CA acquiert une structure poreuse polydispersée : les pores ont différentes formes et dimensions. La répartition poreuse dépend de la nature de la matière première, mais aussi des conditions de l'activation [33].

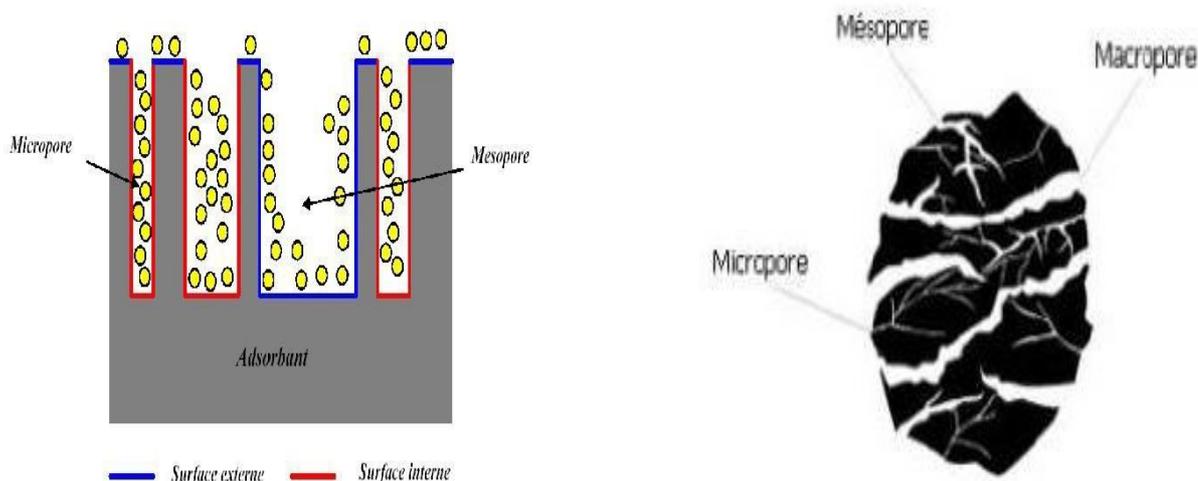
### I-7-Caractéristique du charbon actif

Un CA est un matériau poreux, c'est-à-dire qu'il possède des cavités ou des canaux, appelés pores, dont les parois sont responsables d'une augmentation de l'aire spécifique. Plusieurs paramètres permettent de caractériser un charbon actif.

#### I-7-1-Les tailles des pores et le volume poreux.

Un solide poreux peut être défini à partir du volume de substance adsorbée, nécessaire pour saturer tous les pores ouverts d'un gramme de solide, habituellement exprimé en (cm<sup>3</sup>/g) [34]. Selon la classification IUPAC, les tailles de pores sont réparties en 3 groupes :

- **Les micropores** : ils ont des rayons de 5 à 20 Å, des volumes poreux de 0,2 à 0,6 cm<sup>3</sup>/g et des surfaces spécifiques de 600 à 1500 m<sup>2</sup>/g. Ces micropores représentent généralement 90 à 95% de la surface spécifique totale du charbon actif, et sont responsables de la grande capacité d'adsorption des molécules de faible poids moléculaire.
- **Les mésopores** : Ou pores de transition : ils ont des rayons de 20 à 200 Å, des volumes poreux de 0,02 à 0,1 cm<sup>3</sup>/g, des surfaces spécifiques de 20 à 70 m<sup>2</sup>/g et constituent en moyenne 5% de la surface totale.
- **Les macropores** : ils ont des rayons de 200 à 2000 Å, certains jusqu'à 20000 Å, des volumes poreux de 0,2 à 0,8 cm<sup>3</sup>/g et des surfaces spécifiques faibles comprises entre 0,5 et 2 m<sup>2</sup>/g. Ces macropores jouent le rôle de couloirs de passage pour les molécules du soluté, vers les mésopores et les micropores.



**Figure I.5:** Vue schématique d'un grain de charbon actif [35].

### I-7-2-Surface spécifique

Elle correspond à la surface des pores. Le volume poreux étant important, la surface développée est énorme: de 500 à 1500 m<sup>2</sup>/g. Ce sont essentiellement les micropores et mésopores qui créent de la surface [27].

### I-7-3-Granulométrie

La granulométrie conditionne la vitesse d'adsorption (plus le grain est petit, plus le transfert diffusion est vers le centre est rapide car le chemin à parcourir pour les molécules est plus faible) [36].

### I-7-4-Taux de cendre

Il s'agit de la partie inorganique, inerte, amorphe et inutilisable, présentée dans le charbon actif [37] la présence de cendre dans le CA n'est pas désirable pour sa qualité et est considérée comme une impureté [29].

### I-7-5-La teneur en humidité

Le taux d'humidité est un rapport exprimé en pourcentage, l'eau contenue dans le charbon actif, au poids du même matériau sec [36, 37,38].

## I-8-Structure cristalline d'un charbon actif

La structure cristalline du charbon actif consiste en un ensemble de couches planes d'atomes de carbone, ordonnées en hexagones réguliers, comparables aux cycles aromatiques (Figure I.6 ci-dessous). L'analyse de diffraction aux rayons X, révèle que sa structure est graphitique, mais avec quelques différences [39].

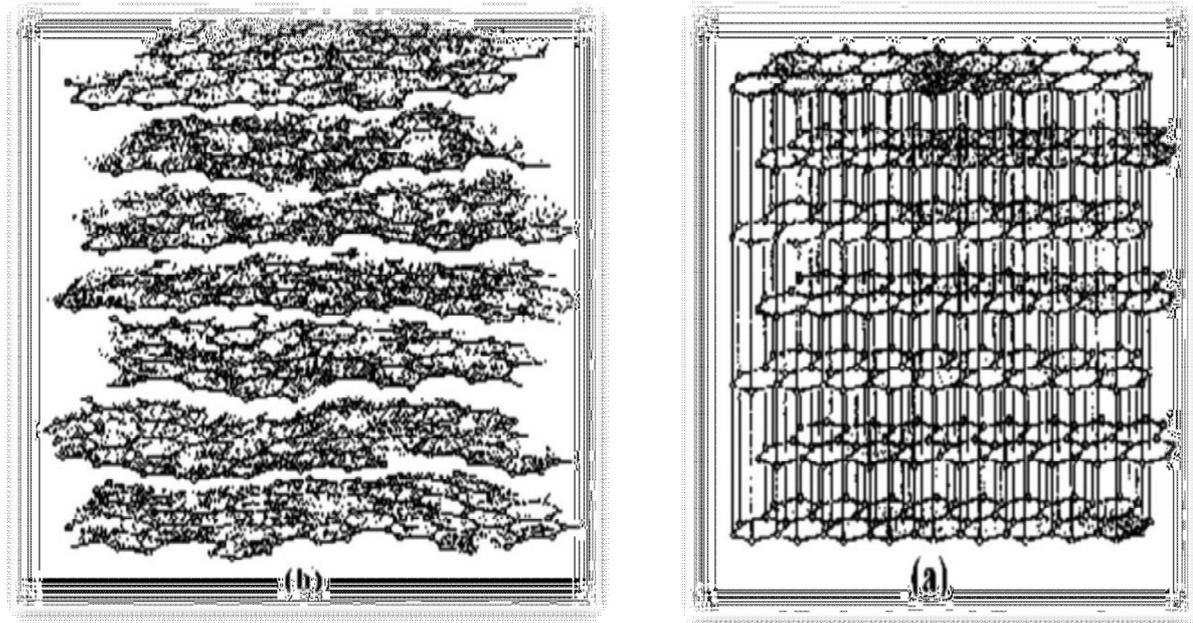


Figure I.6: Structure cristalline du graphite (a) et du charbon actif (b) [39].

### I-9-Régénération de charbon actif

Le charbon actif est un produit relativement couteux. Une fois tous les sites d'adsorptions saturés, le CA est dit saturé ou sur saturé, c'est pourquoi il est très souvent régénéré. La régénération appelée aussi réactivation consiste à désorber les molécules captées par le charbon actif. Le CA saturé est considéré comme un déchet dangereux et doit être traité par des services spécialisés en interne ou en faisant appel à des entreprises compétentes [9].

### I-10-Utilisation du charbon actif

#### Industrie

- Purification et catalyse pour une large gamme d'applications industrielles.
- Extraction de l'ordres minerais (fixation sur le charbon actif).

#### Filtration

- Traitement de l'air dans les usines pour nettoyer les gaz [40].
- Traitement de l'eau potable, Purification de l'eau pour la consommation humaine dans les applications domestiques.
- Traitement des eaux résiduaires, abattement de substances potentiellement dangereuses des eaux.

#### Protection personnelle et collective

- Production d'équipements individuels (Filtres à cigarettes) et collectifs de protection.
- Filtres utilisés dans ventilation en circuit fermé (hôte de cuisine).

**Médical**

- Traitement des intoxications et diverses pathologies par le charbon actif en poudre.
- Incorporation de tissus de charbon actif dans les pansements, les filtres à odeurs et les masques à gaz.

**Chimie**

- Décaféinassions du café : avec de l'eau.
- L'élimination des hydrocarbures dans l'eau.
- Traitement des effluents liquides [41].

**I-11-Conclusion**

Comme nous venons de le voir, de par ses propriétés physico-chimiques particulières, le charbon actif peut jouer différents rôles en traitement des eaux. On peut conclure que l'application industrielle du CA dans l'adsorption de certains polluants chimiques susceptibles d'être présents dans les effluents industriels liquides et gazeux est importante vue sa grande surface spécifique, sa disponibilité et son faible coût.

---

## Références bibliographiques

- [1] A. Touati, Préparation d'un charbon actif par pyrolyse de la biomasse : cas du noyau du fruit du néflier (2010).
- [2] M. Trachi, N. Bourfis, S. Benamara, H. Gougam, Préparation et caractérisation d'un charbon actif à partir de la coquille d'amande (*Prunus amygdalus*) amère, *Biotechnol. Agron. Soc. Environ.* 2014 18(4) :pp .492-502 (2014).
- [3] A. Boukraa, F. Messemmeche, Etude qualitative et quantitative de l'adsorption de bleu de méthylène sur le charbon actif en poudre, *Revue science des matériaux, Laboratoire LARHYSS N°07*, février 2016 : pp.25-41 (2016).
- [4] A. Boutalbi, A. Saker, Préparation de charbon actif à base de Résidus agricole et leur application à l'élimination des colorants (2018).
- [5] N. Sedira, Etude de l'adsorption des métaux lourds sur un charbon actif issu de noyaux de dattes (2012-2013).
- [6] N. Kania, Utilisations de charbons actifs dans des procédés d'adsorption de Composés Organiques Volatils et des procédés de catalyse dans l'eau (2010).
- [7] M. Mounir Daoud Thème (valorisation des déchets agricoles : production du charbon actif et de l'énergie renouvelable) Thèse de doctorat, Université de Houari-Boumediene (2019).
- [8] J.Avom , J.KetchaMbadcam,M.R.L. Matip,P.J. Germain, *African journal of science and technology*(2):pp. 1-7,(2001).
- [9] G. Mecheri, Préparation et caractérisation des charbons actifs à partir d'un butime d'origine pétrolière. Activation par les hydroxydes, *Univ Larbi Ben Om El Bouaghi*(2011).
- [10] H.Bosh, the production and characterization of activated carbon of from coco nutshell catalized by potassium carbon (29):pp. 949-953 (1994).
- [11] C.S .Diana, Azevedo, et al., Microporous activated carbon prepared from coco nutshell using chemical activation with zincchlorie. *Microporous and Mesoporous Materials*, 23March (100):pp. (1-3) (2007).
- [12] M.Valix, W.H. Cheung, and G. McKay, Preparation of activated carbon using low temperature carbonization and physical activation of highashrawbagasse for acid dye adsorption.*August.56*(5):pp.493-501 (2004).

---

[13] Al.Mukana, Préparation des charbons actifs à partir des sciures de Bagasse de canne à sucre, des bois de Ntola et Lifaki imprégnées dans des solutions de soudecaustique.Rev.Cong .Sci.Nul, 16(1):pp.84-92 (2000).

[14]S.Satonaka, T .Isobe, and T.Kayama, Preparation of activated carbon with phosphoric acid from waste liquors, waste sludges and waste from deinking Research Bulletins of the collegeExperimentsForests,(41):pp.551-560 (2000).

[15] J. Rodriguez, preparation and caractérisation of active carbon from eucalyptus fraft lignin. Carbon, 31(1): pp. 87-95 (1993).

[16] F.R. Reinoso, and M.M .SABIO, Activated carbons from lignocellosic materials by chemical and physical activation: an overview. Carbon, 30(7): pp. 1111-1118 (1992).

[17] K. Mokedemi, Etude spectroscopique d'un charbon actif par H3PO4, Activation, mémoire de Master, Univ Abdelhamid ben Badis de Mostaganem (2017).

[18] S.S.Marou, Préparation et caractérisation de charbons Ferro magnétiques appliqués L'élimination de la sulfaméthazine par adsorption en milieu aqueux, mémoire de Master, Univ Mira Béjaia(2018).

[19] J. Barkauskas, S.Tautkus, A .Kareiva, Residual content of inorganic ions inActivated carbons prepared from wood, Journal of analytical and appliedpyrolysis, 71:pp.201-212 (2004).

[20] J.I. Hayashi, K. Muroyama, V. G. Gomes, A. P .Watkinson ,Fractal dimensions of activated carbons prepared from lignin by chemical activation, Carbon,(4):pp.630-632 (2002).

[21] E.A.Iniesta, F.Sanchez, A.N.Garcia, A.Marcilla, Influence of the holding temperature of the first heating step in a two-heating step carbonisation process on the properties of chars and activated carbons fronalmond shells. Journal of Analytical and Applied Pyrolysis.58:pp.967-981 (2001).

[22] A. H. El-Sheikh, A.P. Newman, H. K. Al-Daffae, S. Phull, N. Cresswell, Characterization of activated carbon prepared from a single cultivar of Jordanian Olive stones by chemical and physic chemical techniques, Journal of Analytical and Applied Pyrolysis (71):pp.151-164 (2004).

- 
- [23] B. S.Girgis, A. N.A.El-Hendawy, Porosity development in activated carbons obtained from date pits under chemical activation with phosphoric acid, *Micro porous and mesoporous materials*52:pp.105-117 (2002).
- [24] O. Benturki, A. Donnot, S.Molina, A.Mrelin, F.Addoun, Synthesis and characterization of activated carbon btained from jujube shells «Nebka», *J.Soc.Alger.Chim* (18):pp.7-23 (2008).
- [25] M. Baquero, L. Giraldo, J. Moreno, F. Suarez-Garcia, A. Martinez-lonso ,J. Tascon, Activated carbons by pyrolysis of coffee bean husks inpresence of phosphoric acid, *Journal of Analytical and Applied pyrolysis* (70):pp.779-784 (2003).
- [26] Z.Kecira,A.Benturki,M.Daoud,O.Benturki,Effect of Chemical Activation on the Surface Properties of Apricot Stones Based Activated Carbons and Its Adsorptive Properties Toward Aniline, Springer International.Publishing,Cham:pp.228-240 (2018).
- [27]L.U.Jinyan, Acomparative study on activated carbon (2005).
- [28]F.Deline, «l'épuration physico-chimiquedeseaux.»ÉditionsCebedoc(1988).
- [29] C.Gomellaet H Guerree. « Les eaux usées dans les agglomérations urbaines ou rurales » 2éme édition Eryrolles, paris.
- [30]J.N'guessan, Etude expérimentale et modélisation d'un procédé séquentiel AD-OX d'élimination de polluants organiques, thèse de Doctorat, Univ Toulouse (2010).
- [31] N.Yahiaoui, étude de l'adsorption des composes phénoliques du margines d'olive sur carbonate de calcium hydroxyapatite et charbon actif, thèse de magistère, Université moloudmammeri, tiziouzou(2012).
- [32] C.Ayral, Elimination de Polluants aromatiques par oxydation catalytique sur charbon actif .l'université de toulouse. Thèsepour obtenir le grade dedoctorat Ch.1p8 et9, avril (2009).
- [33] C. Manole Creanga. Thèse pour l'obtention du grade de Docteur de l'institut National Poly technique de toulouse; procédé AD-OX d'élimination de polluants organiques non biodégradables (par adsorption puis oxydation catalytique) (2007).

- 
- [34] J. Omlin, L. Chesaux, Evaluation des charbons actifs en poudre (CAP) pour l'élimination Des micropolluants dans les eaux résiduaires urbaines, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne (2010).
- [35] M. Slasli, Modélisation de l'adsorption par les charbons microporeux: Approches Théorique et expérimentale; Thèse de Doctorat. Université de Neuchatel(2002).
- [36] F. Benamraoui, « Elimination des colorants cationiques par des charbons actifs Synthésisés à partir des résidus de l'agriculture », Thèse Magister, Université Ferhat Abbas Sétif-1 (2014).
- [37] Degremont, « memento. Technique de l'eau ». 10<sup>ème</sup> édition copyright(2005).
- [38] Djidel Tadjia. « Étude de la préparation d'un charbon actif à partir des grains d'olives Et application sur des rejets industriels », Université Med-Boudiaf d'Oran, Thèse magister(2011).
- [39] N. Bouziane, Elimination du 2-mercaptobenzothiazole par voie photochimique et par adsorption sur la bentonite et le charbon actif en poudre. Mémoire de Magister, Université Mentouri de Constantine, Constantine-Algérie : pp. 205 (2007).
- [40] S. Lain-ming, F. meunier, Adsorption -Aspects théoriques. Techniqued'ingénieur, j27305 (2007).
- [41] B. Boukhari, Fabrication et application du charbon actif à partir des noyaux des dattes. Mémoire de magister : Génie de l'environnement, Biskra : Université Mohamed Khider–Biskra : pp.33(2015).

## **CHAPITRE II: Noyaux des *Zizphus jujuba* (jujube ou nbeg)**

## II-1-Introduction

*Zizyphus Lotus* (*Z. Lotus*), également connu sous le nom de jujube, appartient à la famille des angiospermes *Rhamnaceae*. Cette famille comprend environ 135-170 espèces de *Zizyphus* [1]. En tant que tropical et plante subtropicale, *Z. Lotus* pousse généralement dans les zones arides et pays semi-arides et est largement distribué en Chine, en Iran, l'Afrique, la Corée du Sud et l'Europe comme Chypre, l'Espagne, la Grèce, et le Sicile [2,3]. En Afrique, *Z. Lotus* est largement distribué dans la région méditerranéenne, comme l'Algérie, le Maroc, la Tunisie et Libye [4].

Ces dernières années, plusieurs rapports scientifiques ont été réalisés à propos de la présence de nombreuses molécules biologiquement actives de *Z. lotus*, qui peut avoir un bénéfice potentiel élevé pour la nutrition et la santé humaine. [5,6]. Elle est employée sous plusieurs formes, par exemple, miel, thé, confiture, jus, huile, pain et gâteau.

## II-2-Historique et origine

Découvert en 1767, le nom de *Zizyphus* dérive de l'appellation Berbère «Zizou fou, Zuzaifo». Cette appellation est reliée à l'ancien nom Persique «Zizfum ou Zizafun», alors que les grecs utilisent le mot «Ziziphon». La classification des espèces est basée principalement sur des caractéristiques morphologiques et leur mode d'utilisation. Ce genre regroupe plusieurs espèces environ 170, telles que *Z. spina-christ* (L.), *Z. vulgaris* (Mill.), *Z. lotu* (L.), *Z. mauritiana* (Lam). Les deux espèces qui produisent des fruits comestibles sont *zizyphus mauritiana* et *zizyphus jujuba* et ce dernier est l'espèce la plus populaire. L'arbre de *jujube* est appelé dans les pays arabes : Sidr, Nabk, Anneb, jujube, et en Chine datte chinoise [7]. Les espèces fruitières de *Zizyphus*, se trouvent dans les continents grâce à leurs capacités de résistance à la sécheresse et à leurs mécanismes physiologiques et morphologiques d'adaptation [8].

## II-3- Autres espèces de *Zizyphus* à travers le monde

Il existe environ 122 espèces de ce genre dont voici quelques un :

- *Zizyphus spina christi* (Linné) c'est un arbuste, très épineux avec des rameaux flexibles, grêle disposé en zigzag [9] pouvant atteindre 6 m ; à feuilles ovales glauques et à petits fruits globuleux, Il est cultivé en Inde, Pakistan, Syrie, Egypte, Tunisie, et dans les oasis sahariennes donne des fruits arrondis de la grosseur d'une noix [10].
- *Zizyphus joazeiro* (Martius) Originaire du Brésil, le *Zizyphus joazeiro* est un

arbre à rameaux épineux, à feuilles vertes foncées avec des fruits ronds d'environ 3 cm de diamètre qui sont jaunes à maturité.

➤ *Zizyphus Mauritiana* L.: jujubier indien c'est un arbuste à rameaux cotonneux et à feuilles tomenteuses dessous ; fruits très petits [11].

➤ *Zizyphus mucronata* (willd.) C'est une espèce assez commune et disséminée dans les savanes soudaniennes et sahélo-soudaniennes le long des berges de rivière. c'est un arbuste plus ou moins sarmenteux, avec une écorce lisse ou crevassée grise et des épines. Les feuilles sont alternes ovales à bord crénelé [12].

#### II-4-Description botanique

Le *Zizyphus lotus* (jujubier) est un arbuste fruitier, épineux appartenant à la famille des *Rhamnacées* [13]. Communément appelé en Afrique du Nord "Sedra" [14]. Il forme des touffes de quelques mètres de diamètres pouvant atteindre 2m de haut, ses feuilles sont courtement pétiolées, glabres, caduques alternées et ovales à marges entières. Chaque feuille porte à sa base deux stipules transformées en épine inégale et vulnérable. Les fleurs sont jaunes, pentamères et groupées en inflorescence cymeuses. Les fruits sont des drupes à noyaux soudés, l'endocarpe mucilagineux appelé "Nbeg" [14].

#### II-5-Dénomination vernaculaire

Les Français le nomment jujubier, *Zizyphus lotus* ou jujubier sauvage. En arabe il est nommé, Sedra (cité dans le Coran), Azar ou N'beg pour le fruit [15,16]. En berbère, tazuggwart [15].



**Figure II.1:** Fleurs de *Zizyphus lotus*  
(Mila Grarem, 2015)



**Figure II.2:** Fruits de *Zizyphus*  
(Mila .Grarem, 2015)



Figure II.4: Plante de *Zizyphus lotus*



Figure II.3: Feuilles de *Zizyphus lotus*

## II-6-Classification

La position systématique de *Zizyphus lotus* selon [17] est la suivante :

**Règne** Plantae

**Sous-règne** Tracheobionta

**Division** Magnoliophyta

**Classe** Mangnoliopsida

**Sous-classe** Rosidae

**Ordre** *Rhamnales*

**Famille** *Rhamnaceae*

**Sous-famille** Paliureae

**Genre** *Zizyphus*

**Espèce** *Zizyphus lotus*

- ✓ **Nom Scientifique** *Zizyphus lotus*
- ✓ **Nom Commun:** Jujubier.
- ✓ **Nom Local:** السدرة، النبق

## II-7-Répartition géographique

### II-7-1-Dans le monde

Le genre *Zizyphus* existe dans les régions tropicales et subtropicales des deux hémisphères, *Zizyphus lotus*, est spontanée dans le sud d'Espagne et du Portugal, en Sicile, en Grèce [18]. On le rencontre aussi dans les steppes désertiques d'Afrique du Nord et Asie mineure [19].



**Figure II.5:**Aire de répartition de la famille des *rhamnacées* dans le monde [20].

### II-7-2-En Algérie

*Zizyphus lotus* L. est très répandue dans les régions arides d'Algérie du Sud, Ain Oussama et Maessad (wilaya de Djelfa) à climat aride et Taghit wilaya de Bechar au climat Saharien.



**Figure II.6:**Aire de répartition de *zizyphus lotus* en Algérie [21].

### II-8-Composition biochimique et chimique

Les études photochimiques menées sur le *Zizyphus lotus* montrent la présence de Protéine, Carbohydate et Lipides.

Le tableau ci-dessous indique le pourcentage du différent élément dans le *zizyphus lotus*.

Tableaux II.1 : Composition chimique de *Zizyphus lotus* [22]

Composition biochimique	Rendement
Protéine	19.11%
Carbohydate	40.87%
Lipides	32.92%

### II-9-composition chimique

Le *Zizyphus lotus* est connu par son contenu en molécules biologiquement actives tels que les polyphénols (flavonoïdes, tanins), les triterpènes, les anthraquinones, les alcaloïdes (cyclopeptides et isoquinolides), les saponosides [23,24].

Tableau II.2:Composition chimique des différents organes du *Zizyphus lotus* :

Organe végétal	Composition chimique
Fruits	-flavonoïdes, tannins, saponines, alcaloïdes
Feuilles	-flavonoïdes, tanins, alcaloïdes. -saponines de type dammarane : -jujuboside B -jujubogenin glycoside -dérivé sulfaté de jujuba saponine IV
Ecorce des raciness	-flavonoïdes, saponines de type damarane. -tanins. -alcaloïde cyclopeptid iqueslotusines A-G

### II-10-Précurseur (Les noyaux de jujube)

Le jujube, ou datte chinoise (*Zizyphus jujuba*, ou *Zizyphus zizyphus*.) arrive de chine en méditerranée (le nord de afrique), il y a 2000 ans avant jésus christ. C'est un fruit ovale ou rond, de couleur jaune, puis rouge-brique à pleine maturité. Sa peau est fine et comestible, et sa chair blanche translucide est douce et parfumée. Les fruits se récoltent en septembre ou octobre quand ils se colorent bien et qu'ils sont bien rouges. On consomme ce fruit soit frais, soit en confiture ou confit, un peu comme des dattes. C'est un fruit très nutritif, très riche en vitamine C et A, en fer et calcium.

## II-11-Utilisation traditionnelle et activités biologiques et thérapeutiques

*Zizyphus lotus L.* est une plante médicinale utilisée dans la médecine traditionnelle de nombreux pays comme sédatif, tonique et anti-inflammatoire [25, 26,27]. Ses feuilles possèdent des effets analgésiques attribués à leur contenu en principes actifs; les flavonoïdes et les saponines [28]. Elles sont utilisées aussi contre les piqûres des vipères au Sahara [29]. L'industrie pharmaceutique moderne recherche encore largement sur la diversité des molécules à différentes activités pharmacologiques de *Zizyphus lotus*. Parmi ces effets, on peut souligner les plus importants.

### **Activités anti-inflammatoires et analgésiques:**

L'activité anti-inflammatoire est due aux saponosides et oligomères flavonoïques des racines. Les résultats obtenus par [28] ont montré que les saponosides et les oligomères flavonoïques des écorces de racine de *Zizyphus lotus L.* donnent une inhibition maximale de l'œdème de la patte chez la souris. De plus,[30]ont prouvé que les extraits aqueux, chloroformique, acétate d'éthyle et méthanolique des racines et des feuilles possédaient des activités anti-inflammatoires et analgésiques.

### **Activités anti-ulcérogènes:**

Ont montrés que les extraits aqueux des racines, des feuilles et des fruits de *Zizyphus lotus L.* possèdent une activité anti-ulcérogénique grâce à la présence des tanins et des flavonoïdes qui sont connus par leur effet gastro-protecteur [30].

### **Activités antimicrobienne:**

Les extraits de *Zizyphus lotus* l'obtenus par épuisements successifs à l'éther de pétrole, au chloroforme, à l'acétate d'éthyle et au méthanol se sont avérés très actifs in vitro vis-à-vis neuf souches de champignons pathogènes [25,31]. Ont rapporté que le mélange des alcaloïdes possède une activité antibactérienne.

### **Activités antioxydantes:**

Les concentrations des différentes vitamines (vitamine A, C et E) et les acides gras des racines, des tiges, des feuilles, de pulpe de fruits et des graines de *Zizyphus lotus L.* Sont évaluées l'effet de leurs extraits aqueux sur le statut antioxydant [32].

**II-12-Conclusion**

Les noyaux de Jujube sont un agricole disponible en grandes quantités en Algérie au début de l'automne. Ils sont généralement éliminés sans autre utilisation que l'incinération. Puisqu'il s'agit d'un matériau lignocellulosique, il peut être transformé en charbon actif. L'utilisation de ces déchets agricoles, autrement incinérés, peut fournir un produit à valeur ajoutée qui peut être très important pour l'économie locale en développement.

---

## Références bibliographiques

- [1] M. G. M. N. M. Maraghni, M. Gorai, M. &Neffati, Seed germination at different temperatures and water stress levels, and seedling emergence from different depths of *Ziziphus lotus*. *South African Journal of Botany*, 76(3):pp. 453-459 (2010).
- [2] J. E. Richardson., L. W. Chatrou, J. B. Mols, R. H. J. Erkens, M. D. &Pirie, Historical biogeography of two cosmopolitan families of flowering plants: Annonaceae and Rhamnaceae. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series B: Biological Sciences*, 359(1450):pp. 1495-1508 (2004).
- [3] M. Adeli& V. Samavati,.Studies on the steady shear flow behavior and chemical properties of water-soluble polysaccharide from *Ziziphus lotus* fruit. *International journal of biological macromolecules*, (72):pp.580-587 (2015).
- [4] A. G. Pottier, *Flora of Tunisia Angiospermes-Dicotyledones, ApetalesDialypetales. Programme Flore et Végétation Tunisiennes(1981).*
- [5] M. Chouaibi,N. Mahfoudhi,L. Rezig F. Donsi, G Ferrari,& S. Hamdi, composition of *Zizyphus lotus* L. seeds. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 92(6):pp.1171-1177.Nutritional (2012).
- [6] J. H., Renault K Ghedira, P. Thepenier, C. Lavaud, M. Zeches-Hanrot,, &L. Le Men-Olivier, Dammaranesaponinsfrom*Zizyphus lotus*. *Phytochemistry*, 44(7):pp. 1321-1327 (1997).
- [7] O. Tamaguelt, &H. Amzal, Optimisation d'extraction assistée aux ultrasons de composés phénoliques et l'activité antioxydante des différentes parties de *Ziziphus jujuba* (feuilles, pulpe et graines)(2016).
- [8] A. Laamouri, Y. Ammari T. AlbouchiSghaier,K. Mguis et A .N. krimi Comparative study of the root system growth and development of three Tunisian jujube species. *GeographyEcology Tropical*.32: 37-46 (2008).
- [9] C. Lemoine. *Les fleurs méditerranéennes*, Editions Jean-Paul Gisserot : pp. 14 (2005).
- [10] G. Sirahaby *Etude de photochimie et des activités biologiques de Zizyphus mauritiana*Lam. (Rhamnaceae) utilisée dans le traitement traditionnel du diabète et de l'hypertension artérielle en Mauritanie. Université de Bamako:pp. 156 (2006).
- [11] C. Catoire,H. Zwang, et C. Bouet *Les jujubiers ou le Ziziphus. Fruits oubliés (1999).*
- [12] D. Malgras *Arbres et arbustes guérisseurs des savanes maliennes. ACCT Karthala:pp.478 (1992).*

- 
- [13] N. Rsaissi et M. Bouhache. La lutte chimique contre le jujubier .Programme National de transfert de Technologie en Agriculture (PNTTA), DERD (Ed).n0 94.Rabat :pp.4.S. Goudie. Oxford Université Press. **(2002)**.
- [14] W.Borgi, K. Ghedira, N. Chouchane. Anti-inflammatory and analgesic activities of *Zizyphus lotus* root barks. *Fitoterapia* (78):pp.16-19 **(2007)**.
- [15] J. Bellakhdar. La Pharmacopée marocaine traditionnelle, Médecine arabe ancienne et savoir populaires - Saint –Etienne, ed. TEC et DOC. Ibis press : Paris : pp. 464-465 **(1997)**.
- [16] F. Baba Aissa. Encyclopédie des plantes utiles, Flore d’Algérie et du Maghreb, Substances Végétales d’Afrique d’Orient et d’Occident, ed. EDAS: pp.144-146 **(1999)**.
- [17] A. Cronquist.An integrated system of classification of flowering plants. Columbia University: pp.1256 **(1981)**.
- [18] J. Bross. Larousse des arbres et des arbustes. Larousse (Ed) Canada:pp.576 **(2000)**.
- [19] R. Paris et G.Dillemann. Les plantes médicinales des régions arides .Unesco (Ed) .Paris:pp.99**(1960)**.
- [20] F. Dupont, & J. L. Guignard, Botanique: les familles de plantes. Elsevier Masson G. Dillemann. etR.Paris.Recherche sur les zones arides : les plantes médicinales des régions arides considérée surtout du point de vue pharmacologique. UNESCO (Ed). Paris:pp. 346 **(1960.2015)**.
- [21] P. Quezel et S. Santa,nouvelle flore de l’Algérie et régions désertiques méridionales. Tome2. Centre national de la recherche, Paris:pp.565 **(1962)**.
- [22] M. Chouaibi, N. Mahfoudhi, L. Rezig, F. Donsi G. Ferrari,& S. HamdiNutritional composition of *Zizyphus lotus* L. seeds. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 92(6):pp.1171-1177**(2012)**.
- [23] W. Borgi et N. Chouchane Activité anti-inflammatoire des saponosides des écorces de racines de *Zizyphus lotus* (L.).*Revue des Régions Arides* : pp.283-286**(2006)**.
- [24] C. Catoire H. Zwang C. Bouet Les jujubiers ou le *Zizyphus* fruits oubliés .article du n0 1. **(1999)**.
- [25] K. Ghedira, R.Chemli, C. CaronJ.M.Nuzillard, M..Zeches, L. Le Men-Olivier Four cyclopeptidealkaloidsfrom *Zizyphus lotus*.*Phytochemistry*(38):pp.767-772 **(1995)**.
- [26] R. Claudine Le nom de l’arbre: le grenadier, le caroubier, le jujubier, le pistachieret l’arbousier. Actessud le Majan, 1er Edition.France:pp.45-62**(2007)**.

- 
- [27] S. Mounni. Etude de la fraction glucidique des fruits de *Celtis australis* L., *Crataegus azarolus* L., *Crataegus monogyna* Jacq., *Elaeagnus angustifolia* L., et *Zizyphus lotus* L., Mémoire de Magistère en Agronomie, Université de Batna (2008).
- [28] W. Borgi, A. Bouraoui, N. Chouchane. Antiulcerogenic activity of *Zizyphus lotus* (L.) extracts. *Journal of Ethnopharmacology*, (12):pp.228-231 (2007).
- [29] A. Benchalah, H. Bouziane, M. Maka, Fleur du Sahara, arbres et arbustes, voyage au cœur de leurs usages avec les Touaregs du Tassili. *Phytothérapie* (6):pp. 191-197.(2004).
- [30] D. Zoughlachesoumi étude de l'activité biologique des extraits du fruit de *Zizyphus lotus* L. Univ Batna (2008,2009).
- [31] M. Lahlou, M. ElMahi, J. Hammouchi. Evaluation of antifungal and molluscicidal activities of Moroccan *Zizyphus lotus* L. Desf, *Annales Pharmaceutiques Françaises*, (60):pp.410- 414 (2002).
- [32] C. Benammar, A. Hichami, A. Yessoufou., A.M. Simonin, M. Belarbi, H. Allali, N.A. Khan, *Zizyphus lotus* L. (Desf.) modulates antioxidant activity and human T cell proliferation. *BMC Complementary and Alternative Medicine*. (10) (2010).

## **CHAPITRE III: L'adsorption**

### III-1- Introduction

L'adsorption est un phénomène physique ou chimique se traduisant en particulier par une modification de la concentration à l'interface de deux phases (liquide ou gazeuse/ solide) due à la fixation des molécules (ou atomes) de la phase liquide ou gazeuse sur une surface solide. Le procédé d'adsorption est l'une des méthodes les plus largement utilisées pour l'élimination des polluants simple, peu coûteux (par rapport à d'autres procédés de séparation), et sans formation de boue, ce procédé fournit une alternative intéressante pour le traitement des eaux contaminées, en particulier si l'agent d'adsorption est bon marché et ne nécessite pas d'étapes de prétraitement supplémentaires avant son application [1].

Nous distinguons deux types d'adsorption : physique et chimique [2].

### III-2-Généralité

Le principe de l'adsorption repose sur la propriété des solides de fixer sur leur surface certains substance qui s'adsorbe [3]. Le solide est appelé adsorbant et la substance qui s'adsorbe est l'adsorbât que nous l'appellerons plus couramment soluté afin d'éviter toute confusion avec l'adsorbant [4].

L'adsorption étant un phénomène de surface, il est nécessaire de disposer de grande surface spécifique (surface d'adsorption par unité de masse ou de volume), ce qui conduit à mettre en oeuvre des adsorbants microporeux. Bien entendu, les propriétés physico-chimiques de ces matériaux (polarité, fonctions chimiques de surface) jouent un rôle déterminant dans les énergies de liaison avec les adsorbâtes [5].

### III-3-Définition

L'adsorption est un phénomène physico-chimique de transfert de matière d'un fluide vers la surface d'un solide. Ce phénomène spontané provient de l'existence de forces non compensées à la surface de l'adsorbant [6]. Il se traduit en particulier par une modification de concentration à l'interface de deux phases non miscibles (gaz /solide ou liquide/solide) [7].

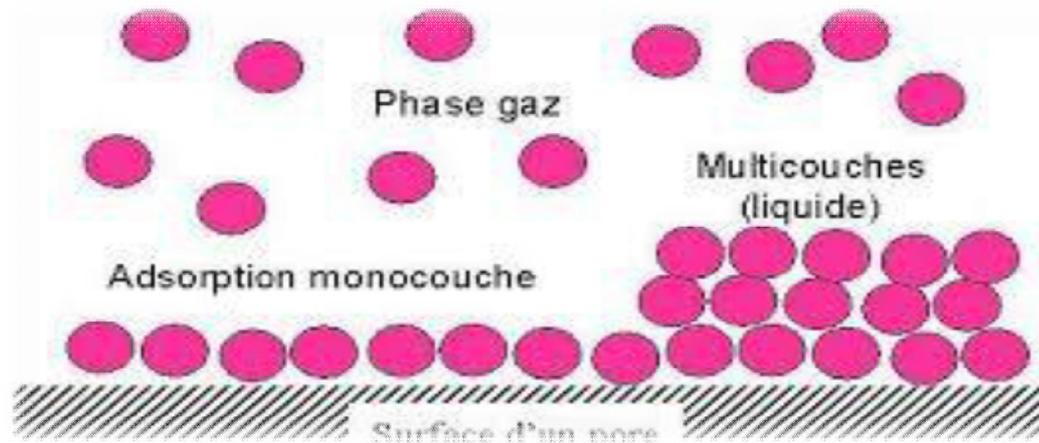


Figure III.1 : Phénomène d'adsorption [8]

### III-4-Types d'adsorption

Selon les énergies de liaison mises en jeu, deux types d'adsorption peuvent être Distingués : l'adsorption physique et l'adsorption chimique.

#### III-4-1-Adsorption physique

C'est une adsorption qui se produit lorsque les forces qui fixent l'adsorbat dans une couche à la surface de l'adsorbant sont du même ordre que les forces de Van der Waals. Ce type d'adsorption se caractérise par :

- La rapidité dans l'établissement de l'équilibre entre la phase adsorbée et la phase fluide
- Une réversibilité relativement facile et une absence de spécificité [9].

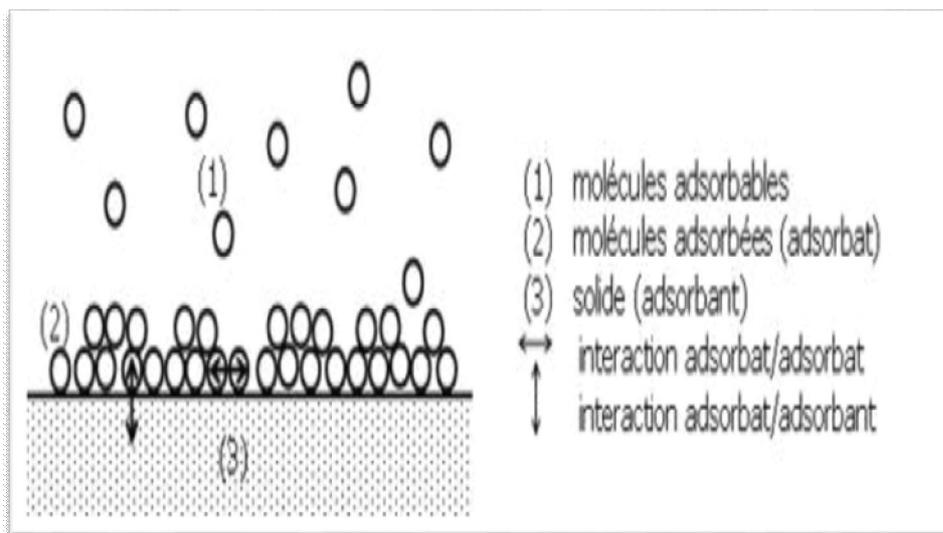


Figure III.2:Schéma de l'adsorption physique [10].

#### III-4-2-Adsorption chimique

C'est une adsorption de type chimique, qui résulte des forces de liaison de nature

chimique avec mise en commun ou transfert d'électrons; il y a donc des ruptures et des créations de liaisons chimiques en surface entre l'adsorbat et les sites actifs de l'adsorbant.

La chimisorption se caractérise par :

- Un équilibre long à atteindre entre la phase adsorbée et le milieu fluide
- Une chaleur dégagée durant l'adsorption environ 10 fois plus importante à Celle dégagée dans le cas d'adsorption physique.
- La non-réversibilité.
- Une spécificité marquée [9].

### III-5-Comparaison entre deux types d'adsorption

Le tableau III-1 présente les différences entre les deux types d'adsorption [11].

**Tableau- III-1:** Les différences entre l'adsorption physique et l'adsorption chimique [11].

Propriétés	Adsorption physique	Adsorption chimique
Energie d'adsorption	5 à 10 Kcal/mol	20 à 100 Kcal/mol
Température de processus	Inférieure à la température d'ébullition de l'adsorbat	Elevée
Nature de liaison	Physique (Van der Waals)	Chimique
La desorption	Plus ou moins parfait	Difficile
Energie d'activation	Non appréciable	Peut être mise en jeu
La cinétique	Très rapide	Lente

### III-6-Description du mécanisme d'adsorption

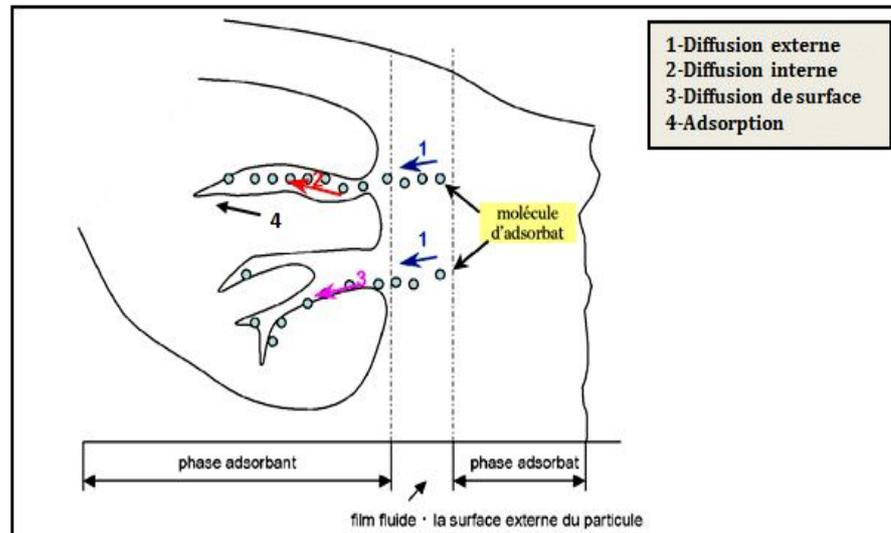
A chaque fois qu'un gaz ou un liquide est en contact avec un solide ; celui-ci est retenu par les atomes superficiels du solide et se concentre à sa surface. Ce processus se déroule selon les étapes suivantes :

**Diffusion externe:** elle correspond au transfert du soluté (molécules de la phase liquide ou gazeuse) au sein de la solution à la surface externe de l'adsorbant. Le transfert de matière dépend de l'écoulement du liquide sur la surface de l'adsorbant.

**Diffusion interne :** les molécules de liquide pénètrent à l'intérieur des pores. La diffusion dépend du gradient de concentration du soluté.

**Diffusion de surface** : elle correspond à la fixation des particules à la surface des pores de l'adsorbant [12].

**Réaction d'adsorption** : Elle se fait au contact des sites actifs, une fois adsorbée, la molécule est considérée comme immobile.



**Figure III.3:** Mécanisme du transfert d'un adsorbat vers le site d'adsorption au sein d'un grain d'adsorbant [8]

### III-7-Facteurs influençant sur l'équilibre d'adsorption

Des nombreux paramètres influencent l'équilibre d'adsorption dont les principaux sont décrits ci-après :

**Facteurs liés à l'adsorbant** : la nature des groupements fonctionnels, la surface spécifique, la distribution des diamètres des pores, la masse de l'adsorbant.

**Facteurs liés à l'adsorbat** : la solubilité de l'adsorbat, la polarité, la masse molaire, la taille des particules.

**Facteurs liés aux conditions opératoires** : le pH, la température du milieu, la vitesse d'agitation du milieu réactionnel, la compétition entre les espèces présentes dans le milieu, le temps de contact entre l'adsorbat et l'adsorbant [13].

### III-8-Cinétique d'adsorption

La connaissance des paramètres de l'équilibre d'adsorption permet de déduire les capacités d'adsorption d'un support.

La détermination des paramètres cinétique doit en plus être réalisée pour la prévision de l'allure des courbes. Le transfert d'un adsorbant de la phase liquide vers un site d'adsorption, représenté par la figure III.4 [14]:

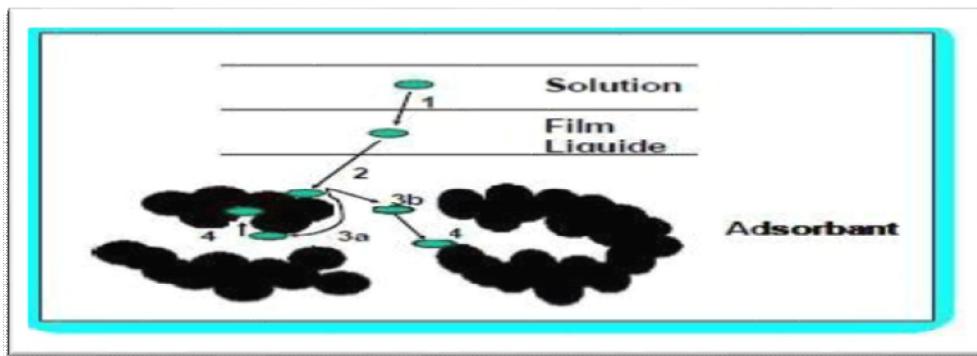
Fait intervenir les étapes suivantes [15].

**1<sup>ère</sup> étape:** Transfert de l'adsorbant de la phase liquide vers la couche limite du film liquide liée à la particule solide (par convection ou diffusion). Etape très rapide.

**2<sup>ème</sup> étape:** Transfert de l'adsorbant à travers le film liquide vers la surface externe de l'adsorbant. Etape rapide.

**3<sup>ème</sup> étape:** Diffusion à l'intérieur de la particule d'adsorbant, étape lente.

**4<sup>ème</sup> étape:** Adsorption dans un micropore. Etape très rapide [14].



**Figure III.4:** Les étapes de la cinétique d'adsorption [14].

Le transfert, lors de l'adsorption ou de la désorption, est principalement dû à une différence de concentration. On peut donc faire varier le taux d'adsorption en faisant varier la concentration de l'adsorbant ou de l'adsorbant [16].

### III-9- La surface spécifique

La surface spécifique d'un solide est définie comme étant sa surface par unité de masse. Elle est exprimée en ( $m^2/g$ ). L'adsorption est directement proportionnelle à la surface spécifique d'adsorption. Cette surface dépend de la surface spécifique géométrique, de la surface des crevasses, des marches, des pores et autres imperfections de surface. Elle dépend aussi de la taille des solides (adsorbant). Chaque fois qu'un solide est divisé en particules plus petites, il y a augmentation de la surface exposée [17].

### III-10-Les matériaux adsorbants

#### III-10-1-Gels de silice

Les gels de silice sont préparés à partir de  $\text{Si(OH)}_4$  en phase aqueuse, obtenus par acidification d'un silicate de sodium, ou bien à partir d'un sol de silice. Les groupements  $\text{SiOH}$  conduisent à des liaisons d'hydrogène. Il existe deux types de gels de silice : les microporeux, assez hydrophiles, et les macroporeux, leur surface spécifique peut être de 300 à 800  $\text{m}^2/\text{g}$  [18].

#### III-10-2-Alumines activées

Les alumines activées sont obtenues par thermolyse du tri hydroxide d'alumines  $\text{Al(OH)}_3$  qui conduit à un produit de composition approximative  $\text{Al}_2\text{O}_3, 0.5 \text{ H}_2\text{O}$ . Les alumines actives sont des adsorbants amorphes, moyennement polaires et hydrophiles [19].

#### III-10-3-Adsorbants à base de polymères

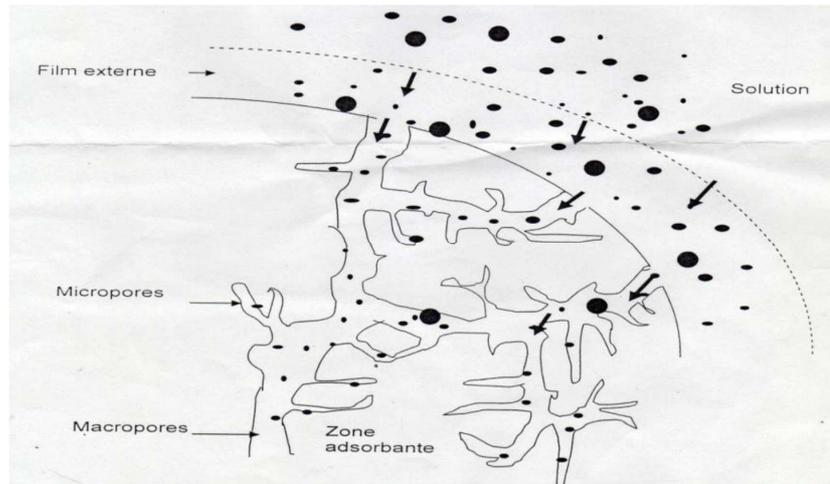
Les adsorbants à base de polymères organiques ont trouvé des applications pour l'élimination des composés organiques, la purification des eaux ou la fabrication des médicaments. Les polymères de base sont des polystyrènes, des esters polyacryliques ou des résines phénoliques. Ce sont généralement des matériaux méso poreux [20].

#### III-10-4-Argiles activées (ou terres décolorantes)

On obtient les argiles activées, par addition d'eau à certaines qualités d'argiles (bentonite, Kaolinite), puis incorporation à la pâte ainsi obtenue d'une certaine quantité d'acide chlorhydrique. L'opération est suivie d'un lavage et séchage à des conditions déterminés. La décoloration et la purification des huiles minérales et végétales utilisent ce type d'adsorbant [21].

#### III-10-5-Charbons actifs

Les charbons actifs ont une caractéristique essentielle qu'est l'existence d'un réseau très développé de micropores, lesquels sont à l'origine de leur pouvoir adsorbant très important. Par conséquent, ces derniers constituent les adsorbants les plus fabriqués et les plus utilisés industriellement. Les charbons actifs sont des adsorbants non spécifiques ou très peu spécifiques avec une structure poreuse bien développée formée majoritairement par des micropores et des méso pores de différents diamètres. La surface spécifique des charbons actifs est bien développée, elle est en générale supérieure à 1000  $\text{m}^2/\text{g}$ , ce qui contribue à une grande capacité d'adsorption. Cette surface spécifique dépend du matériau de base, de la méthode d'activation et de la densité [22].



**Figure III.5:** Schéma d'adsorption sur une particule de charbon actif [23].

### III-11- Les applications de l'adsorption

Les nombreuses applications techniques de l'adsorption résultent de trois caractéristiques qui la différencient des autres procédés de séparation à savoir [24] :

- ✓ La rétention des très petites particules, comme par exemple les colloïdes.
- ✓ La rétention des composants à très faible concentration, par exemples des
- ✓ Impuretés ou des molécules et ions métalliques qui confèrent au produit couleurs, odeurs ou saveurs désagréable, voir une toxicité.
- ✓ la sélectivité de l'adsorbant par rapport à certains constituants du mélange.
- ✓ Parmi les applications, on cite [24].
- ✓ Le séchage.
- ✓ Traitement des huiles.
- ✓ Traitement des gaz.
- ✓ Le raffinage des produits pétroliers.
- ✓ La déshumidification et la désodorisation de l'air.
- ✓ La décoloration des liquides.

### III-12-Conclusion

L'adsorption n'est pas une technique récente mais il reste encore beaucoup à comprendre des phénomènes qu'elle met en jeu, et beaucoup à faire pour améliorer ses

applications industrielles. La recherche porte aujourd'hui sur le développement d'adsorbants plus performants, l'amélioration des techniques de régénération et la modélisation. L'objectif est de développer des matériaux sélectifs ou présentant simplement de plus grandes surfaces spécifiques tout en conservant de bonnes propriétés mécaniques.

---

## Références bibliographiques

- [1] N.Bouchelkia, «Etude de l'élimination du Plomb, du Zinc et du cadmium par adsorption sur un charbon actif préparé à base des noyaux de jujube», mémoire de magister, Univ Béjaïa (2015).
- [2] C.E. Chittour. Physico-chimie des surfaces : « l'adsorption gaz-solide et liquide solide ». Tome 2, O.P.U Alger (2004).
- [3] S. Marsteau « traitement des gaz dangereux capté sur les lieux de travail » institut national de recherche et de sécurité ED4263 (2005).
- [4] M. Hemati « L'adsorption Industrielle » In Enciact A7.
- [5] A. Shahid , « Simulation et optimisation de procédés d'adsorption modulée en pression - Formulation et résolution à l'aide de l'optimisation dynamique hybride » Thèse Doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine (2010).
- [6] L. Naidja, Elimination du colorant orange en solution aqueuse, par voie photochimique et par adsorption, mémoire de magistère en chimie, université de Mentouri Constantine : pp.23 (2010).
- [7] I. Bounour, Modélisation des isothermes d'adsorption dans le cas de : phénol et de bleu de méthyle sur le charbon actif en grain, mémoire d'ingénieur d'état, école nationale supérieure polytechnique : pp.3 (2009).
- [8] M.K. Bechki, Préparation et caractérisation du charbon actif à partir des noyaux du palmier dattier et des coquilles des noix (2019).
- [9] E. Koller, Aide-mémoire Génie chimique, 2ème Edition Dunod. Avril (2005).
- [10] M. Goussef, adsorption d'un composé organique tensioactif DBSA sur géomatériau obtenu par association d'une argile calcique et d'un charbon actif (2012).
- [11] A. Elabed, Réactivité thermique et cinétique de dégradation du bois d'arganier. Application à l'élaboration de charbon actif par activation chimique. Mémoire de Doctorat. Chimie. Université Mohammed V. Agdal Rabat, Maroc (2007).
- [12] C.M. Creanga, « Procédé AD-OX d'élimination de polluants organiques non biodégradables (par adsorption puis oxydation catalytique) ». Thèse doctorat de l'institut national polytechnique de Toulouse France (2007).
- [13] S. Kushwaha, H. Soni, V. Aggetha, H. Sang. An Insight into the production, characterization, and mechanisms of action of low-cost adsorbents for removal of organics

---

from aqueous solution. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, vol. (43):pp. 443–549 (2013).

[14] pesticides et contribution à la réduction leur impact sur les eaux par utilisation des substances organiques naturelles (S.O.N). Thèse de doctorat. Université AbdelmalekEssaadi, Tanger Maroc (2006).

[15] A. Medekhel, Adsorption du bleu de méthylène par charbon actif, mémoire de Master, Univ Echahid Hamma Lakhdar -El Oued (2018).

[16] M.P.M. Whittaker, and L.I. Grind staff, Production of activated carbon from Rubber and a carbonaceous binder. US Patent # 3, 822,218 (1974).

[17] F. Edeline, (Théorie et technologie, 4ème Edition. CEBEDOC.SPRI). Liège (1998).

[18] Moreno-Castilla, «C. Adsorption of organic molecules from aqueous solution on carbon materials», carbon (2004).

[19] A. Khoualdi, A B. Medjani, Adsorption du bleu de méthylène par le charbon actif et L'argile, mémoire en vue de l'obtention du diplôme de en génie chimique, Univ L'Arbi Ben M'hidi Oum El Bouaghi (2017).

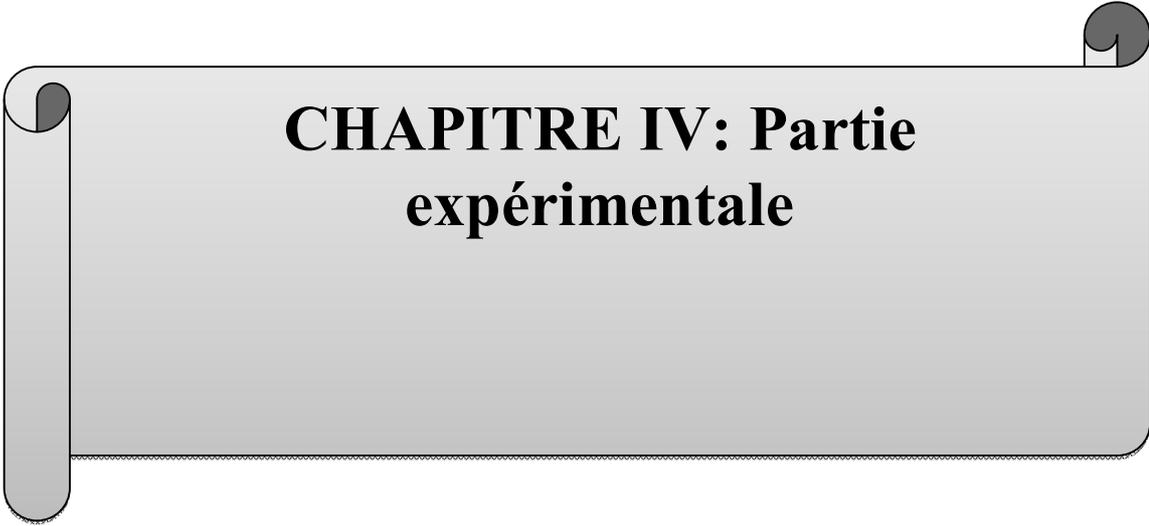
[20] Abed, Fatma, «Etude de la décoloration des eaux sur atriaux naturels noyaux de dattes et grignons d'olives». Mémoire de magister. Université de Boumerdes (2011).

[21] Q. Riaz et R. Abdul Hameed, « study of adsorption by activated carbon from aqueous Solutions » (2002).

[22] N. Yahiaoui, 'étude de l'adsorption des composés phénoliques des margines d'olive sur carbonate de calcium hydroxyapatite et charbon actif', thèse de magistère, Université Moloudammeri, Tiziouzou (2012).

[23] L. Laidi, Etude de la régénération d'un charbon actif par la spectroscopie infrarouge à Transformée de fourrier (FTIR), mémoire de Master, Univ de Mostaganem (2017).

[24] E. Koller, Aide-mémoire, Génie chimique. 2ème édition. Dunod : pp.365\_366 (2004)



## **CHAPITRE IV: Partie expérimentale**

### IV-1- Introduction

Les noyaux de jujubes ou bien petit jujube provient de la variété appelée '*Zizyphus jujube*' (nommé Nebka ou Nbeg) dont l'abondance est importante dans notre pays et dont l'usage se limite souvent à la consommation alimentaire et médicinale pour ses vertus thérapeutiques [1].

C'est un fruit très nutritif, très riche en vitamine C et A, en fer et calcium ...etc[2], ainsi que d'autres composés bioactifs à base de carbone.

### IV-2- Objectif de cette étude

Dans cette étude nous avons choisi de valoriser un déchet végétal de la biomasse algérienne jujube ou Nbeg. Il a été utilisé comme précurseur pour la fabrication du charbon actif en utilisant l'acide phosphorique ( $H_3PO_4$ ) pour l'activation chimique.

Pour la caractérisation de la nouvelle phase préparée on a déterminé le pH, le taux d'humidité, le taux de cendre et l'indice d'iode. L'étude comparative avec un charbon commercial vis-à-vis de l'élimination d'un polluant de bleu de méthylène (BM) contenu dans l'eau a été effectuée.

Dans notre étude nous avons utilisés l'activation chimique et non pas physique pour des raisons de disponibilité.

### IV-3- Réactifs

Toutes les expériences au cours de notre étude ont été réalisées dans différentes conditions en utilisant les produits suivants:

#### IV-3-1- Adsorbants

Les adsorbants sont des solides poreux qui possèdent une surface interne très élevée [3], ils ont une place privilégiée dans la purification de l'eau [4].

#### Charbons actifs

Les charbons actifs sont de loin les adsorbants les plus fabriqués et utilisés dans de nombreuses applications domestiques et industrielles [5].

Dans notre étude deux charbons sont utilisés comme matériaux adsorbants:

Charbon commercial Merck (CM): avec des particules d'un diamètre de 2,5 mm

Charbon de noyaux de Nbeg avec des particules de diamètres  $0.5\text{mm} < d < 1\text{mm}$

Les produits utilisés dans notre étude sont donnés dans le tableau suivant **IV.1**

**Tableau IV.1:** Les produits chimiques utilisés.

Produits chimiques
Acide phosphorique $H_3PO_4$ , thiosulfate de sodium $Na_2S_2O_3$ , empois d'amidon. iodure de potassium KI, diode $I_2$ , Eau distillée, eau bi-distillée.

#### IV-4- Matériels

Les matériels utilisés dans ce travail sont dans le tableau **IV.2**

**Tableau IV.2:** Matériels et verreries utilisés.

Matériel	Verreries
Etuve (HERAEUS), balance électrique, agitateur magnétique, pH mètre (inoLab), four à moufle (HERAEUS ELECTRIC température max $1000^{\circ}C$ ), tamis (RETSCH).	Creusets en céramique, burette, béchers, erlenmeyer, éprouvettes graduées, entonnoir, fioles jaugées, mortier, papier filtre, spatule, verre de montre, pince, dessiccateur

#### IV-5- Traitement du charbon en grain (Merck)

Le charbon de bois commercial en granulés produit à partir de bois par activation est séché à  $110^{\circ}C$  24 heures, broyer dans un mortier et un pilon, puis tamiser.



**Figure IV.1:** charbon en grain Merck

#### IV-6- Préparation de la matière première (noyaux de jujubes)

##### IV-6-1-Préparation des échantillons

Les noyaux de jujubes ont été lavés avec de l'eau distillée, puis séchés à l'étuve à  $110^{\circ}C$  pendant 24 heures. Ils sont ensuite broyés et tamisés pour ne retenir que la fraction comprise entre 0.5 et 1.0 mm [1].



Figure IV.2 : Broyeur électrique (Retsch)

Les grains de notre biomasse sont présentés dans la figure IV.3. La figure IV.4 présente notre échantillon séché dans l'étuve en (A) et broyé et tamisé en (B).

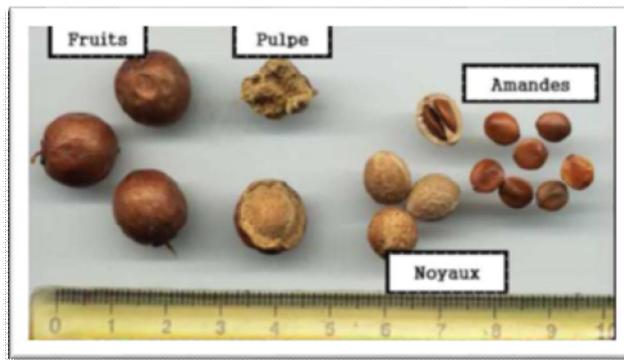


Figure IV.3: Différentes parties du fruit du Zizphus lotus



Figure IV.4: (A) Noyaux de jujubes après séchage 24 h à 110 °C, (B) Noyaux broyés et tamisés.

### IV-6-2- Carbonisation

La carbonisation est la décomposition thermique des matières carbonées: les espèces autres que le carbone sont éliminées [6,7] la carbonisation se fait à 700 °C avec un palier de 3 heures [6].

#### IV-6-2-1- Charbon carbonisé CNC

La carbonisation des échantillons de diamètre  $0,5 < d < 1$  mm dans des creusets en porcelaine est réalisée dans un four électrique (HERAEUS ELECTRIC) le four est préchauffé à une température de 700 °C pendant au moins 2 heures avant le début de l'essai pour obtenir une température en régime permanent on augmente la température (100 degré/30 min). Dans la figure IV.5 on a l'échantillon carbonisé de couleur vert d'eau

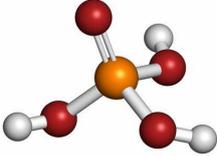


Figure IV.5:(A) Broyat de grain avant la carbonisation, (B) le charbon Carbonisé.

#### IV-6-3- Activation par l' $H_3PO_4$

L'activation chimique est souvent utilisée pour préparer le charbon actif à partir de déchets de biomasse. Les activateurs utilisés sont principalement  $H_3PO_4$ ,  $ZnCl_2$ ,  $KOH$ ...etc. [8,9]. Parmi les acides, l'acide phosphorique a été très largement utilisé pour l'activation du charbon [10,11]. De plus, il est considéré comme l'un des meilleurs oxydants [12]. Plus important l'utilisation de l'acide phosphorique permet de valoriser le charbon micropores et ou mésopores dépendant de la température activation [8].

Tableau IV.3: Propriétés de l'acide phosphorique

Nom	Acide phosphorique
Formule chimique	$H_3PO_4$
Structure	
Masse molaire g/mol	97,9952
Masse volumique g/cm <sup>3</sup>	1,834 à 18 °C
T° Fusion	- 42,35 °C
T° ébullition	213 °C

Le charbon préparé en laboratoire en utilisant les noyaux de jujubes tamisés de diamètre  $0,5 < d < 1$  mm été activé chimiquement, selon les étapes suivantes:

- Un échantillon de 30g est mélangé avec 60 ml de la solution  $H_3PO_4$  (40%) et maintenu sous agitation pendant 9 h.
- Le mélange est mis à l'étuve pendant 24 heures à 110°C.
- Dans un four on met l'échantillon dans un creuset en porcelaine pendant 1 heure à 450 °C pour faire la calcination (le four est réglé à 450 °C une heure de temps avant de mettre l'échantillon). (Pour accélérer l'opération de lavage on utilise l'eau bi-distillé.)
- L'échantillon est ensuite séché dans une étuve pendant 24 heures à 110°C. La masse finale de CNA est 7,80 g

Les étapes de l'activation chimique des noyaux de jujubes CBr par l'acide phosphorique et le protocole de préparation du charbon actif sont donnés dans le figure IV.6 et l'organigramme IV.7.



Figure IV.6: Les différentes étapes de l'activation chimique par l'acide phosphorique

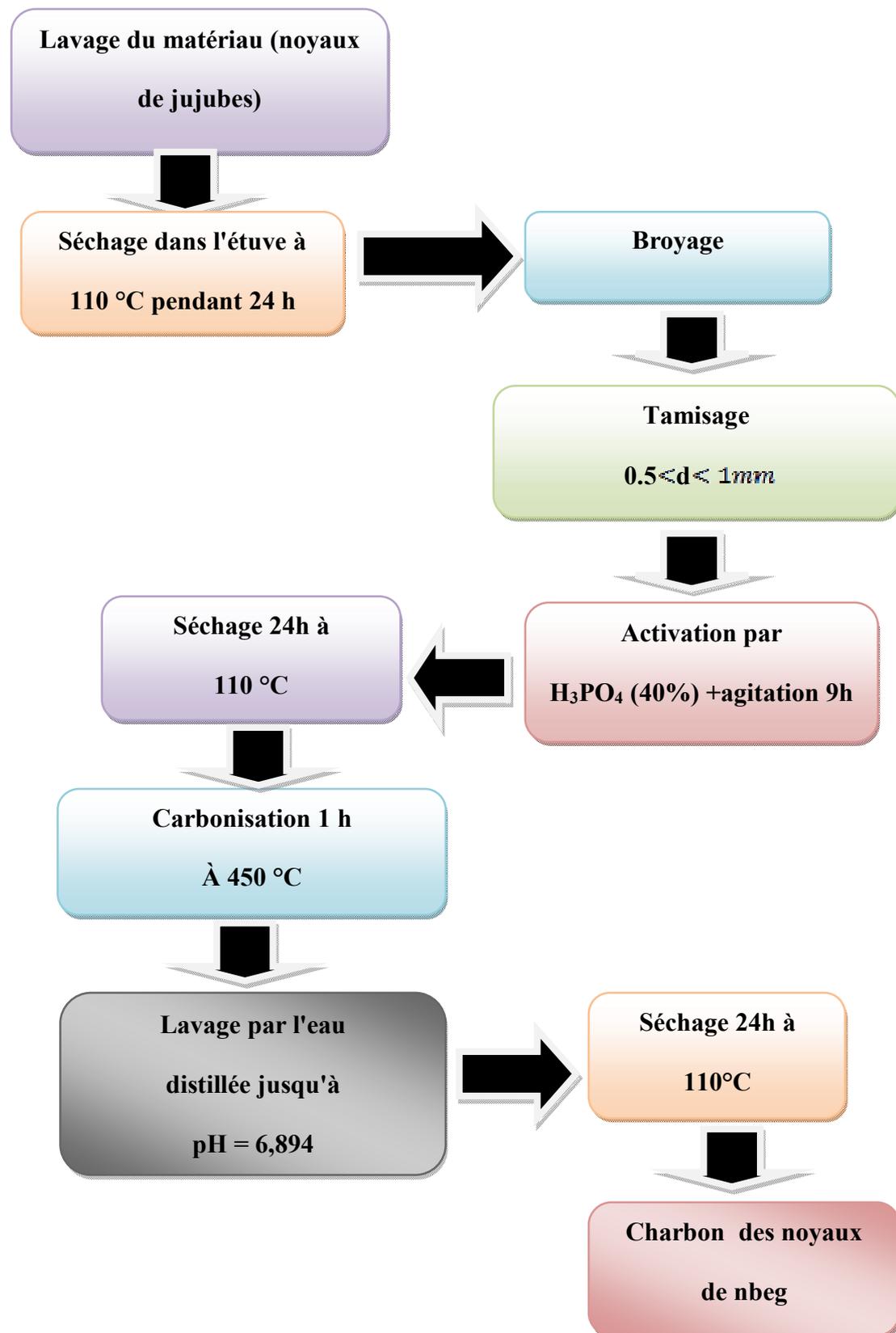


Figure IV.7: Différentes étapes de préparation du charbon actif

### IV-7-.Caractéristiques physico-chimiques du charbon actif

Quand on mesure le pH, c'est le nombre d'ion hydrogène (H<sup>+</sup>) se trouvant dans la solution à mesurer, que l'on évalue plus ou moins précisément.

Le pH des solutions a été mesuré à l'aide d'un pH-mètre de type inoLab Ph 7310 WTW. L'étalonnage de l'appareil a été effectué avec des tampons commerciaux de pH 1, 4, 7 et 10.

Le pH de chaque charbon a été mesuré par le protocole suivant:

- On pèse 0,5g de chaque échantillon.
- Dans un bécher on introduit la quantité de charbon avec 50 ml d'eau distillée.
- La solution est agitée à l'aide d'un agitateur magnétique pendant 1 heure.
- On mesure le pH du filtrat.

#### IV-7-1- Principe de détermination du H%

Le taux d'humidité est un rapport exprimé en pourcentage, il est déterminé par le séchage de l'adsorbant dans une étuve [13].

On met 0.5 g de charbon actif dans un creuset en céramique et on le pèse (échantillon + creuset). Ensuite on le sèche dans une étuve à 110°C jusqu'à ce que son poids reste constant (1 heure de temps à l'étuve). A sa sortie de l'étuve, on le refroidit à température ambiante puis on le repese.

Le taux d'humidité (% H) peut être calculé par la formule suivante :

$$H\% = \frac{M_1 - M_2}{P} \times 100$$

Où :

**M<sub>1</sub>**: la masse initiale du CA utilisée en (g).

**M<sub>2</sub>**: La masse du creuset rempli après séchage en (g).

**P**: Masse initiale d'échantillon en (g).

Les étapes pratiques pour déterminer le taux d'humidité sont donnée dans la figure

## IV.8.



**Figure IV.8:** Détermination de taux d'humidité H%

#### IV-7-2- Détermination de la matière organique MO%

On détermine le taux de la matière organique par la formule suivante :

$$MO\% = \frac{M_1 - M_2}{P} \times 100$$

#### IV-7-3-Le taux de cendre

##### IV-7-3-1- Principe de détermination du Cd%

Il s'agit de la partie inorganique, inerte, amorphe et inutilisable, présente dans le charbon actif, le taux de cendre est déterminé par la méthode décrite en littérature [14].

#### Mode opératoire

Un échantillon de 0.5g de charbon actif est séché dans une étuve à 110°C pendant 24 heures puis placé dans un creuset en céramique. Ce creuset est introduit dans un four réglé à 600°C est maintenu pendant 3 heures à cette température. Après refroidissement à température ambiante on pèse à nouveau le creuset. Le taux de cendre(Cd%) est calculé comme suit :

$$Cd\% = 100 - MO\%$$

Où

**Mo%** : Matière organique

**M<sub>1</sub>** : masse de creuset + la masse d'échantillon (initial).

**M<sub>2</sub>**:Masse de creuset + cendre (final)

**P**: Masse de l'échantillon

Les étapes détermination du taux de cendre (Cd%) sont détaillées dans la figure IV.9



**Figure IV.9:** Détermination de taux de cendre

#### IV-7-4-Indice d'iode Id

##### IV-7-4-1-Principe de détermination de l'Id

La détermination de l'indice d'iode est un test simple et rapide, donnant une indication sur la capacité du charbon actif à adsorber les molécules de faibles poids moléculaires [15]. L'indice d'iode (iodine number) permet de mesurer le contenu des micropores d'un charbon actif [14].

#### Mode opératoire

Pour déterminer l'indice d'iode de chaque charbon actif, on prépare les solutions suivantes:

1. Une solution d'empois d'amidon.
2. Une solution d'iode 0,1 N.
3. Une solution de thiosulfate de sodium 0,1N.



**Figure IV.10 :** Les solutions préparées.

On met 10ml de la solution d'iode 0,1N dans un erlenmeyer et on dose par une solution de thiosulfate de sodium 0,1N en presseuse de quelques gouttes d'une solution d'empois d'amidon comme indicateur coloré jusqu'à la disparition de la couleur. Le volume de thiosulfate consommé est noté  $V_b$ .

Ensuite, dans un bécher de 100 ml, on met une masse de 0.05g de chaque échantillon étuvé à  $110^{\circ}\text{C}$  pendant 3 h. On ajoute par une pipette 15 ml de la solution d'iode 0,1 N et on agite pendant 30 min. On filtre le mélange sur papier filtre et on prélève 10 ml du filtrat que l'on met dans un erlenmeyer et on ajoute 2 gouttes de la solution d'empois d'amidon. A partir de la burette, on verse du thiosulfate de sodium dans l'erlenmeyer contenant le filtrat jusqu'à la décoloration totale de la solution; soit  $V_s$  le volume en ml de thiosulfate juste nécessaire [16].

Le protocole utilisé est donné dans la figure IV.11.



**Figure IV.11:** Détermination de l'indice d'iode par titrage avec la solution de thiosulfate de sodium

La quantité d'iode adsorbée (mg/g) est donnée par la relation suivante [16].

$$I_d = \frac{[(V_b - V_s) \times N(126.9 \times \frac{15}{10^3})]}{M}$$

Où :

- (V<sub>b</sub>-V<sub>s</sub>) : différence des résultats du titrage à l'essai à blanc et à l'essai avec adsorbant en (ml de thiosulfate de sodium 0.1N).
- N : normalité de la solution de thiosulfate de sodium en (mol/l).
- 126.9 : la masse atomique d'iode.
- M : la masse de l'adsorbant en (g).

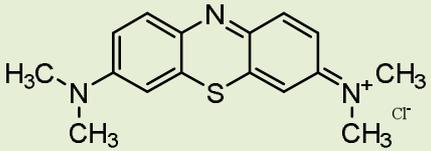
#### IV-8-Adsorption du bleu de méthylène sur les charbons

##### Principe

Le bleu de méthylène est un colorant type qui sert à calculer la surface accessible aux molécules assez grandes.

L'ensemble des propriétés de bleu de méthylène est récapitulé dans le tableau.

**Tableau IV.4:** Caractéristiques physico-chimiques du BM.

Nom Usual	Bleu de méthylène
Structure	
Formule chimique	C <sub>16</sub> H <sub>18</sub> N <sub>3</sub> ClS
Masse molaire	319 g.mol <sup>-1</sup>
Solubilité dans l'eau	35.5 g/l
λ <sub>max</sub>	663 nm

##### IV-8-1-Préparation de la solution du polluant BM

La solution mère du BM est préparée par addition de 1g de poudre de BM dans une fiole de 1L on complète avec de l'eau distillée sous agitation 30 min.

**IV-8-2- Cinétique d'adsorption**

Toutes les cinétiques d'adsorption sont réalisées suivant le même protocole expérimental ci-dessous. Dans un bécher on met 0,5 g de chaque échantillon étuvé à 110°C pendant 3 h on ajoute 100 ml de solution de bleu de méthylène, le mélange est agité pendant 120 min et en fonction du temps précisément chaque 15 min on récupère 10ml de filtrat qui sera analysé par UV- visible pour déterminer l'absorbance.

**IV-9- Spectroscopie UV-VISIBLE**

La technique de spectrophotométrie ou d'absorption étrier est basée sur la propriété de la matière, plus particulièrement de certaines molécules, d'absorber certaines longueurs d'ondes du spectre UV-visible. L'analyse UV a été effectuée sur un spectrophotomètre (UVmini-1240 UV-VIS SPECTROPHOTOMETER) figure IV.12. D'autres analyses UV ont été effectués sur un spectromètre (shimadzu 1650 pc)



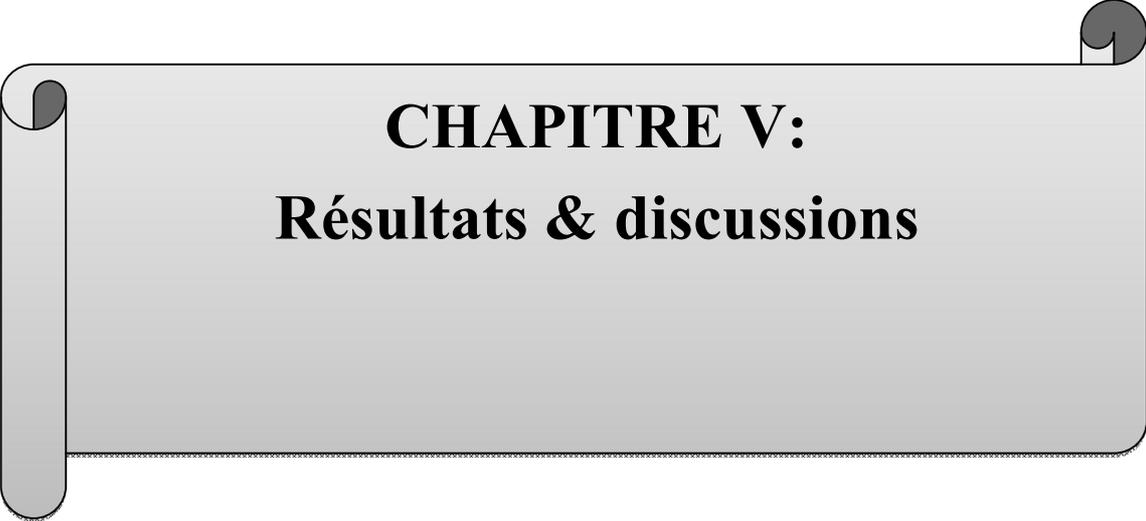
**Figure IV.12 :** Spectrophotomètre.

---

## Références bibliographiques

- [1] M. Daoud, O. Benturki, Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene (2014).
- [2] M. Sharif, Al-Reza, Jung inyoonhyo, Jungkim, Jong-Sangkim et Sun Chulkang, Anti-inflammatory activity of seed essential oil from *Zizyphus jujube*, Food and Chemical Toxicology (48):pp. 639-643 (2010).
- [3] M. Thommes, K. Kaneko, A.V. Neimark, J.P. Olivier, F. Rodriguez-Reinoso, J. Rouquerol, Sing, K.S.W., Physisorption of gases, with special reference to the evaluation of surface area and pore size distribution (IUPAC Technical Report). Pure Appl. Chem (87) (2015).
- [4] A. Haouas, I. Bakir, M. Ksibi, E. Elaloui, Etude de l'élimination du bleu de méthylène dans par le charbon actif commercial CECA 40, J. Chim. Phys (96) (1999).
- [5] R.C. Bansal, J.B. Donnet, F. Stoeckli. Active Carbon, New York, (1988)
- [6] J. N'guessan, Etude expérimentale et modélisation d'un procédé séquentiel AD-OX D'élimination de polluants organiques, thèse de Doctorat, Univ Toulouse (2010).
- [7] M. L. Sekirifa, M. Hadj-Mohammed, Etude comparative de la capacité adsorbant d'un Charbon actif issu de noyaux de dattes et un charbon actif commercial, sciences et technologie B-N° (23) (2005).
- [8] A. Reffas, Étude de l'adsorption de colorants organiques (Rouge Nylosan Et Bleu De Méthylène) Sur des charbons actifs préparés à partir du marc de café, thèse de Doctorat, Univ de Constantine (2010).
- [9] F. Benamraoui, Elimination des colorants cationiques par des charbons actifs synthétisés à Partir des résidus de l'agriculture, mémoire de Magister, Univ de Farhat Abbas Sétif 1 (2014).
- [10] R. Baccar, M.S., J. Bouzid, M. Feki, P. Blanquez, Removal of pharmaceutical compounds by activated carbon prepared from agricultural by-product. Chem. Eng. J. (211):pp.310-317 (2012).
- [11] Y. Sun, Q.Y., B. Gao, L. Huang. X. Xu, Q. Li., Comparative study on characterization and adsorption properties of activated carbons with H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> and H<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub> activation employing *Cyperus alternifolius* as precursor. Chem. Eng. J. (181-182):pp.790-797 (2012).
- [12] K. Boutadara, L. Ben Ali, Valorisation des déchets ligno-cellulosiques, issus du palmier dattier, en charbon actif, mémoire de Master, Univ d'Adrar (2017).

- 
- [13] M. J. Ahmed, S. K. Dhedan. Equilibrium isotherms and kinetic modeling of methylene blue adsorption on agricultural wastes-based activated carbons. *Fluid phase equilibria* (317):pp.9-14 (2012).
- [14] M. J. Ahmed, S. K. Dhedan. Equilibrium isotherms and kinetic modeling of methylene blue adsorption on agricultural wastes-based activated carbons. *Fluid Phase Equilibria* (317):pp. 9-14 (2012).
- [15] B.S. Girgis, S.S. Yunis, et A.M. Soliman, a Characteristic of activated carbon from peanut hulls in relation to conditions of preparation. In: *Materials Letters* vol (57), n° 1: pp. 164–172(2002).
- [16] M. Gueye, Synthèse et étude des charbons actifs pour le traitement des eaux usées d'une tannerie, Master, institut international d'ingénierie de l'eau et de l'environnement, (2008/2009)



**CHAPITRE V:**  
**Résultats & discussions**

Dans ce chapitre nous présenterons les résultats obtenus et les discussions.

### V-1- Carbonisation

Cette étape permet d'éliminer une partie des éléments homogènes (oxygène, hydrogène, azote) sous forme de gaz en plus de former un produit de carbone solide avec une structure poreuse [1].

#### V-1-1- Les étapes de la carbonisation

La carbonisation ou la décomposition thermique de tous les matériaux carbonés à l'exception des solides riches en carbone.

Le traitement thermique des noyaux de jujube passe par quatre étapes:

1. Au-dessous de 100°C, on a le séchage du matériau.
2. La deuxième étape ( $100^{\circ}\text{C} < T < 450^{\circ}\text{C}$ ), évaporation de substances volatiles y compris l'eau et les substances thermosensibles telles que les vitamines et les protéines.
3. Entre 450 et 600°C, la carbonisation des noyaux de jujube.
4. Au-dessus de 600°C le matériau est presque entièrement carbonisé.
5. En ce qui concerne ce travail, la température de carbonisation est de 700°C, c'est la température optimale pour obtenir du charbon riche en carbone.

### V-2- Activation chimique par $\text{H}_3\text{PO}_4$

Contrairement à l'activation physique, l'activation chimique s'effectue en même temps que la carbonisation à température entre 450°C et 600°C, après imprégnation du précurseur par un agent activant l'acide phosphorique [2,3]. L'activation chimique est suivie par l'étape de traitement thermique, et enfin par une étape de lavage [4, 5,6].

L'activation chimique offre des avantages bien connus [7, 8, 9,10] sur l'activation physique, qui peut être résumées comme suit:

Elle utilise des températures plus basses et les temps de traitement thermique sont courts.

Elle est généralement composée d'une seule étape et les rendements de charbon obtenus sont généralement plus élevés.

### V-3-Résultats des caractéristiques physico-chimiques du charbon actif

L'emploi des supports adsorbants dans le domaine de traitement des eaux, nécessite la connaissance de leurs propriétés physico-chimiques. La connaissance de ces paramètres de caractérisation aide à l'explication des phénomènes qui régissent l'efficacité et la capacité d'adsorption [11].

#### V-3-1-Détermination du caractère acido-basique des charbons

Ce paramètre est très important dans les phénomènes d'adsorption, les résultats du pH des différents charbons sont donnés dans le tableau V.1:

**Tableau V.1:** Les valeurs du pH de chaque échantillon

	CBr	CNA	CNC	CM
PH	6,589	5,786	12,412	6,775

D'après les valeurs du tableau, on peut noter que le charbon de Merck est de nature faiblement acide car la valeur obtenue est (6,775). Ainsi que le charbon brut (6,589) ce qui signifie qu'on peut dire qu'ils sont proches du neutre pourcentage. Alors que le charbon activé et de nature acide car le pH obtenu est (5,786). On note également que le pH du charbon carbonisé est élevé à (12,412). Cela peut s'expliquer par le fait que la dégradation des noyaux de jujube lors de la carbonisation conduit à des produits de nature basique.

#### V-3-2-Taux d'humidité

Le taux d'humidité est un rapport exprimé en pourcentage du poids de l'eau contenue dans le charbon actif, au poids du même matériau sec.

Les résultats relatives au taux d'humidité sont consignés dans le tableau V.2 suivant:

**Tableau V.2:** Les valeurs de taux d'humidité des différents échantillons.

Les charbons	CBr	CNA	CNC	CM
<i>P (g)</i>	0,5	0,5	0,5	0,5
<i>M<sub>1</sub>(g)</i>	28,38	29,36	28,39	28,37
<i>M<sub>2</sub>(g)</i>	28,36	29,33	28,38	28,35
<i>H%</i>	4	6	2	4

La teneur en humidité représente la quantité d'eau physiquement liée au charbon actif. Ces valeurs typiques de la teneur en eau varient de 1 à 5 % en masse. Les humidités des charbons actifs obtenues à partir des substrats CM, CNA, CNC, et CBr étaient de 4, 6, 2, 4, (%). L'humidité du charbon actif des trois substances (CM, CBr, et CNC) est dans les normes. La valeur de la teneur en humidité du charbon préparé est faible par rapport aux autres échantillons, et légèrement supérieur une faible teneur en eau indique une bonne qualité de charbon actif.

### V-3-3-Taux de matière organique

D'après le taux d'humidité des charbons on a obtenu le taux de matière organique (MO) qui est donné dans le tableau V.3 :

**Tableau V.3:** Taux de matière organique des différents charbons préparés et du charbon Merck

Les charbons	CBr	CNA	CM
MO%	98	88	92

Le taux de matière organique des différents échantillons préparés varie entre 92% et 98 %. L'échantillon du charbon de noyaux des jujubes préparés par activation chimique CNA a un taux de matière organique égale à 88%.

On remarque que son taux en MO est considérablement inférieure de celle des échantillons CBr, et même C Merck.

### V-3-4-Taux de cendre

Le taux de cendre est la quantité de résidu obtenue après combustion du charbon. Le contenu en cendres est déterminé selon la norme NF B55-10

Les résultats relatifs à la détermination de la teneur en cendre sont consignés dans le tableau V.4 suivant:

**Tableau V.4:** les valeurs du taux de cendre des différents échantillons.

Les Charbons	CBr	CNA	CM
<i>P (g)</i>	0,5	0,5	0,5
<i>M<sub>1</sub>(g)</i>	28,41	29,36	28,37
<i>M<sub>2</sub>(g)</i>	27,92	28,92	27,91
<i>MO%</i>	98	88	92
<i>Cd%</i>	2	12	8

Dans le tableau, on remarque que les charbons analysés CBr et CM ont des faibles taux de cendre (2% et 8%). Comparativement au charbon industriel Merck, le charbon préparé a une teneur en cendre légèrement supérieure (12%).

#### V-3-5- Indice d'iode

L'indice d'iode nous renseigne sur la capacité absorbative du matériau adsorbant (sa microporosité) l'indice d'iode des adsorbants est donné dans le tableau V.5.

**Tableau V-5:** l'indice d'iode du charbon de (CBr, CNA et du charbon C, Merck)

Les charbons	CBr	CNA	CM
<b>VS (ml)</b>	11,4	10,7	10,5
<b>Id</b>	380,7	647,19	723,33

Ces résultats montrent clairement que l'indice d'iode 647.19 obtenu pour le charbon de noyaux des zizphus jujuba activé chimiquement par H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> est meilleur comparativement au charbon brute dont la valeur 380,7. Le traitement du charbon avec l'acide phosphorique fait augmenté sa microporosité ce qui implique une augmentation de la surface spécifique, ce résultat est attendu, étant donné que l'acide phosphorique est considéré comme l'un des meilleurs agents activateurs.

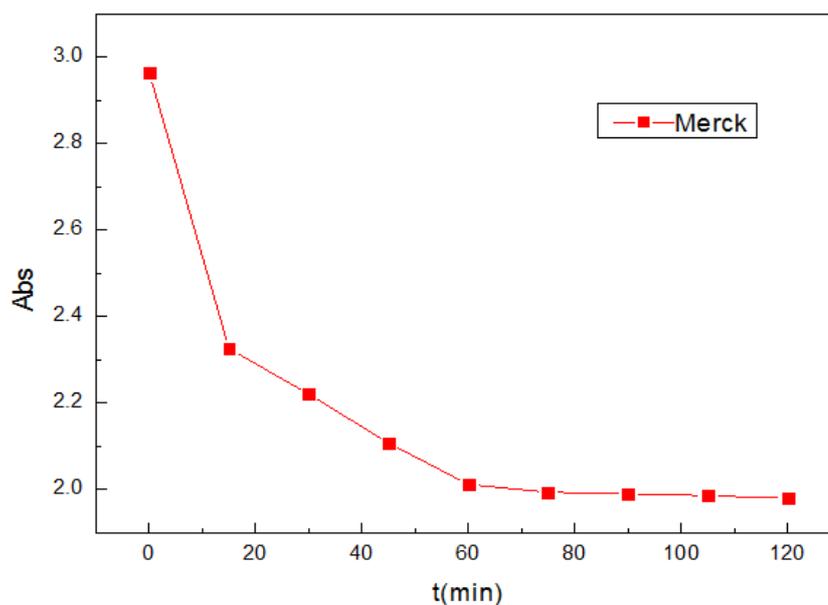
On remarque aussi que l'indice d'iode du CNA est comparable à celui du C Merck commercial car la valeur 726.33 obtenu pour le charbon actif commercial utilisé comme référence (CM) est proche de la valeur trouvée pour notre charbon CNA.

#### V-4-Comparaison de la cinétique d'adsorption entre le charbon activé et le charbon commercial

L'étude de la cinétique de l'élimination du colorant bleu de méthylène BM par adsorption sur les charbons issus des noyaux de zizphus jujuba et le charbon commercial C, Merck était suivit par UV visible on donne dans les tableaux V-6, V-7, V-8, les valeurs de l'absorbance et du temps et dans les figures V-1, V-2, V-3 la variation de l'absorbance en fonction du temps pour les différents absorbants.

**Tableau V-6:** Valeurs des absorbances est du temps d'adsorption du BM sur le C, Merck à 21,5 °C.

t (min)	0	15	30	45	60	75	90	105	120
Absorbance	2.965	2.326	2.220	2.107	2.011	1.993	1.990	1.985	1.979



**Figure V-1 :** Variation de l'absorbance en fonction de temps pour le charbon de Merck.

**Tableau V-7:** Valeurs de l'absorbance et du temps d'adsorption du BM sur le charbon activé par H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>

T (min)	0	15	30	45	60	75	90	105	120
Abs	2.965	2.475	2.279	2.153	1.998	1.920	1.901	1.895	1.885

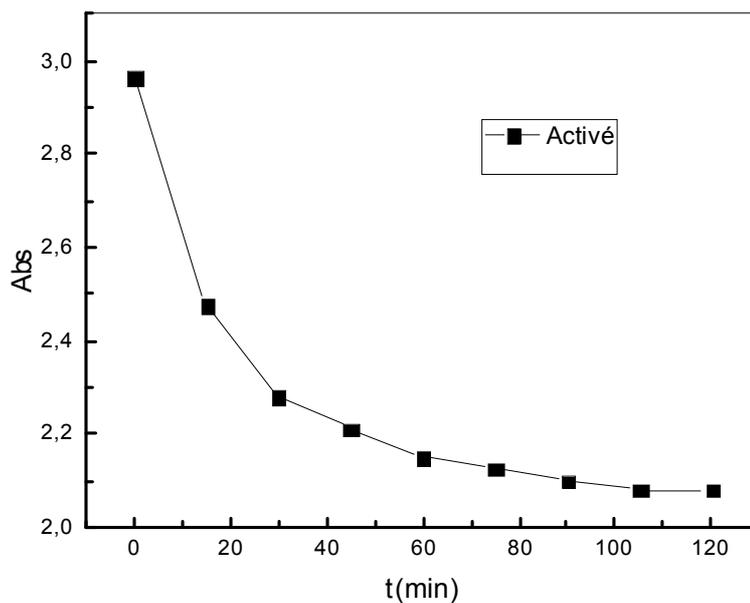


Figure V-2 : Variation de l'absorbance en fonction de temps pour le CNA.

Tableau V-8 : Valeurs des absorbance est du temps d'adsorption du BM sur le charbon brut

t (min)	0	15	30	45	60	75	90	105	120
Abs	2.965	2.895	2.894	2.895	2.896	2.898	2.897	2.899	2.900

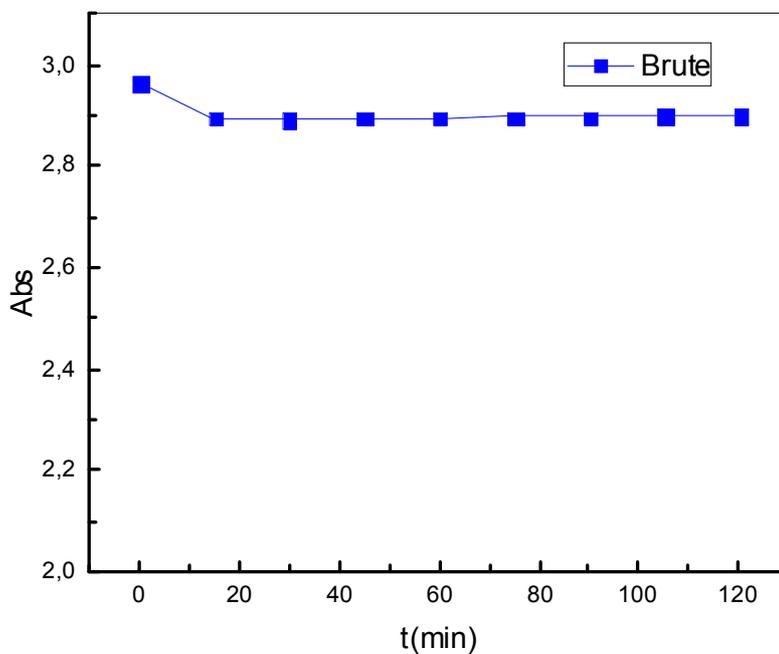


Figure V-3 : Variation de l'absorbance en fonction de temps pour le CBr.

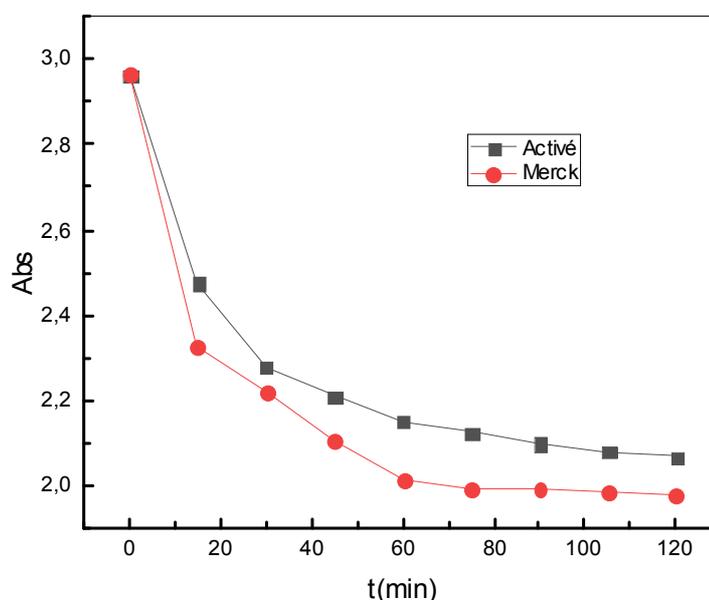
### V-5-Discussion des résultats de la cinétique d'adsorption du BM

Les résultats expérimentaux obtenus par les courbes de l'absorbance en fonction du temps  $Abs=f(t)$  pour le CNA et C Merck montrent la présence d'une première étape d'adsorption de colorant sur des sites facilement accessibles (chute rapide de Abs) suivie d'une diffusion moléculaire de celui-ci vers des sites d'adsorptions moins accessibles avant d'atteindre un équilibre d'adsorption ou tous les sites deviennent occupés (Abs devient stable) (figures V.1, V.2) Pour le CBr la figure V.3 la courbe est moins significative donc le BM est faiblement adsorbé sur la matière brute.

### V-6-Etude comparative entre les charbons au niveau de l'adsorption du BM

#### V-6-1- Comparaison entre le CNA et C Merck

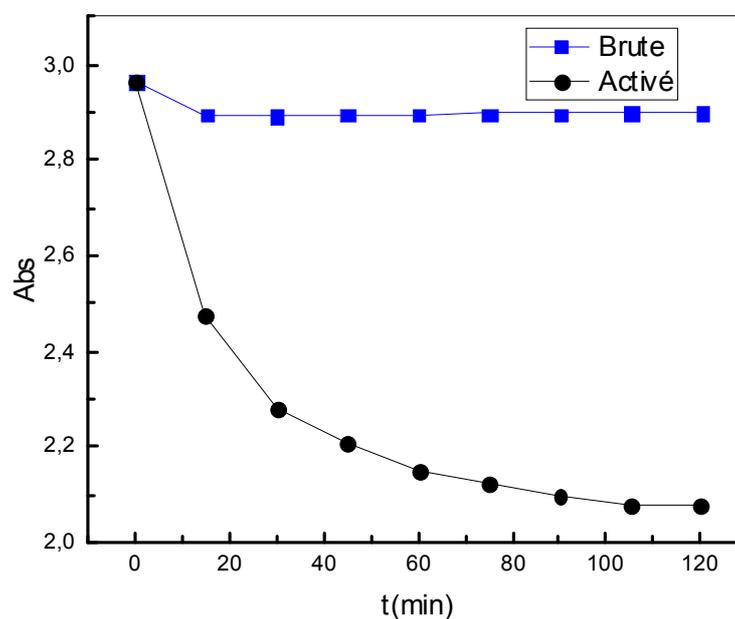
D'après la Figure V.4 qui présente l'étude comparative entre le charbon de Nbeg préparé et le charbon commercial vis-à-vis de la décoloration, par la variation de l'absorbance on constate que les deux courbes ont la même allure. Dans le domaine 0 à 120 min, on remarque une diminution rapide des deux courbes donc une grande affinité des molécules de BM vers les sites actifs de l'adsorbant suivie d'une étape plus lente jusqu'à 75 min ou commence l'équilibre d'adsorption et saturation du matériau adsorbant. D'après les deux courbes on peut dire que le pouvoir d'adsorption du CNA est comparable au charbon commercial.



**Figure V.4 :** Variation de l'absorbance en fonction du temps du CNA comparativement à CM

### V-7- Comparaison entre le CNA et CBr

La Figure V.5 présente l'étude comparative entre le charbon de Nbeg activé par  $H_3PO_4$  et le charbon brute vis-à-vis de l'élimination du polluant bleu de méthylène. D'après la courbe du CBr comparativement à CNA on remarque une diminution remarquable de la courbe du CNA on atteint une absorbance de 1,920 après 75min de réaction alors que pour le CBr la valeur est 2,89 après 15 min est reste presque stable durant la réaction d'adsorption. Le charbon des noyaux préparé par activation chimique est très efficace pour l'élimination du polluant bleu de méthylène comparativement au brute.



**Figure V.5 :** Variation de l'absorbance en fonction du temps du CNA comparativement à CBr

---

## Références bibliographiques

- [1] M.Ziati, Adsorption et électrosoeption de l'arsenic (III) sur charbon à base de noyaux de dattes activés thermiquement et chimiquement, Thèse de doctorat, faculté des sciences, université Badji Mokhtar, Annaba (2012).
- [2] H. Benaddi, D. Legras, J.N.Rouzaud, F. Béguin, Carbon**36(3)**:pp. 306–309 (1998).
- [3] F. Suárez-García, A. Martínez-Alonso, J.M.D.Tascón, Microporous and Mesoporous Materials **75(1–2)**:pp.73–80(2004).
- [4] R.C. Bansal, J.B. Donnet, F. Stoeckli, Active Carbon, Marcel Dekker, New York, (1988).
- [5] H. Marsh, E.A. Heintz, F. Rodríguez-Reinoso, Introduction to Carbon Technologies. Alicante: Servicio de Publicaciones de la Universidadde Alicante(1997).
- [6]F.Derbyshire, M.Jagtoyen,R.Andrews,A.Rao,,I.Martin-Gullon, and E..A.Grulke, , L.R.InRadovic, Ed. Chemistry and Physics of CarbonNew York: Marcel Dekker (27):pp.1–66(2001).
- [7] D. Lozano-Castelló, M.A. Lillo-Ródenas, D. Cazorla-Amorós, A. Linares- Solano, Carbon **39(5)**:pp.741–749(2001).
- [8] M.A. Lillo-Ródenas, D. Lozano-Castelló, D. Cazorla-Amorós, A. Linares-Solano, Carbon**39(5)**:pp. 751–759 (2001).
- [9] W.M. Qiao, L.C.Ling, Q.F. Zha, L. J. Liu, **32(16)**:pp. 4447–4453(1997).
- [10] J. Juan-Juan, D. Lozano-Castelló, E. Raymundo-Piñero, M.A. Lillo-Ródenas, D. Cazorla-Amorós, A.Linares-Solano, In D. Cazorla, J. Wirling, Eds- Solutions in Dioxin and Mercury Removal. Alicante: Publicaciones Universidad de Alicantepp:pp. 91–112(2003)

---

## Conclusion générale

En conclusion, nous pouvons dire que l'objectif de notre travail est atteint en fabriquant du charbon actif à partir des noyaux de *zizphus jujuba* pour obtenir un produit adapté au traitement de l'eau.

Cette étude a été réalisée en deux étapes, la première étape était la fabrication de charbon actif à partir de biomasse ligno-cellulosique (**noyaux de jujube**) et la deuxième étape était la caractérisation du carbone obtenu et du carbone commercial Merck.

La méthode d'activation chimique a fait l'objet de nombreuses études et le choix de l'activation chimique vient du fait que la préparation du charbon actif s'effectue à basse température et que le coût d'activation est faible. De plus, ce procédé permet d'obtenir du charbon actif de haute qualité avec une structure poreuse très importante et une grande surface spécifique.

Pour la caractérisation des charbons on a déterminé le pH, le taux de matière organique, le taux d'humidité, la teneur en cendres et l'indice d'iode.

La bonne préparation des échantillons par la carbonisation et le traitement chimique avec l'acide phosphorique activateur permet d'obtenir des charbons aux propriétés physico-chimiques et structurales comparables à celles retrouvées dans la littérature.

L'essentiel de ce travail peut se résumer dans les points suivants :

- La préparation de charbons actif, matériau à grande capacité d'adsorption par activation chimique, à été faite avec succès.
- Le matériau activé avec  $H_3PO_4$  a une nature acide (pH de 5,786) l'acidité du carbone est liée à la présence de groupements de surfaces acides. Le carbone Merck a un pH de (6,775).
- La teneur en cendres (8 et 12% pour CM et CNA, respectivement), comparativement au charbon industriel le charbon préparé a une teneur en cendre légèrement supérieure.
- Le taux d'humidité du charbon de nbeg est de 6%, il est proche de celui du
- Charbon Merck qui est 4%.
- Pour l'indice d'iode, les résultats varient selon la nature de la biomasse et le mode d'activation utilisé, avec une valeur de (647,19) pour le charbon préparé et (723,33) pour le charbon commercial. L'indice d'iode nous renseigne sur la microporosité du charbon actif

---

chimiquement cette valeur est liée à la surface spécifique.

➤ Les études cinétiques d'élimination du contaminant BM de 0 à 120 min montrent la présence d'une première étape d'adsorption de colorant sur des sites facilement accessibles, suivie d'une diffusion moléculaire de celui-ci vers des sites d'adsorption moins accessibles avant d'atteindre un équilibre d'adsorption où tous les sites deviennent occupés.

➤ Les tests d'adsorption sur le charbon de biomasse et le charbon commercial Merck nous ont permis de constater que la nouvelle phase préparée par les noyaux de jujube montre une bonne affinité vis-à-vis du polluant BM.

➤ L'étude de l'absorbance en fonction du temps montre que le charbon CNA est comparable au charbon commercial CM ce qui prouve les résultats des analyses physico-chimiques.

➤ Les résultats montrent que le charbon préparé par activation chimique est très utile dans le traitement des eaux contaminées par des colorants.

➤ En conclusion, on peut dire que le carbone des noyaux de *Zizphus jujuba* est un bon adsorbant, surtout le carbone préparé par activation chimique et ces résultats sont intéressants. Ces charbons de biomasse peuvent être utilisés pour purifier les eaux usées industrielles et protéger l'environnement.